

25X1C  
German Democratic Republic

FDD

[redacted] 25X1C

TECHNICAL DOCUMENTS OF THE ERKNER INSTALLATION (39 pp; German; undated; date of information: [redacted] distribution date: 24 November 1952.)

This 39 page photostated document on the Erkner installation consists of the following parts:

1. A six page report on the anthrazene installation in Erkner. According to this report the installation was built upon request of the Ministry for Ferrous Metallurgy of the USSR. Professor (fmu) Kusyrov and Dr. (fmu) Isayenko, supervised the construction of the installation. The report gives a description of the installation and its operation, and lists the results of trial production in 1947 and 1948. Laboratory tests with anthrazene, phenanthrene, carbazole, and acenaphthene are mentioned briefly.
2. A four-page blueprint of the pipe connections at the tar distillation part of the Erkner Works.
3. A simplified one-page blueprint of the tar distillation plant.
4. A two-page blueprint of the benzol distillation department.
5. A flow chart on benzol production.
6. A flow chart on carbolic acid production.
7. A table giving technical data on tar products.
8. A four-page technical description of the tar distillation department.
9. A 19-page report on the carbolic acid factory at Erkner, including capacity, power requirements, labor force, construction, raw materials, etc.

25X1

/ Foreign language document or microfilm of it [redacted] is available in the CIA Library, [redacted]

25X1A

Return to CIA Library

25X1A

[redacted] 22 December 1952

CLASSIFICATION

SECRET

SECURITY INFORMATION  
CENTRAL INTELLIGENCE AGENCY

13350

## INFORMATION REPORT

REPORT NO. 

CD NO.

25X1A

COUNTRY East Germany

DATE DISTR. 24 November 1952

SUBJECT Erkner Technical Documents

NO. OF PAGES 1

PLACE  
ACQUIRED  
25X1ANO. OF ENCLS. 9 (1 page)  
(LISTED BELOW)  
(39 photostats)DATE OF IN  
ACQUIRED SUPPLEMENT TO  
REPORT NO. 25X1X

The attached photostated copies of Erkner technical documents  
are sent to you for retention.

THIS DOCUMENT HAS AN ENCLOSURE ATTACHED  
DO NOT DETACH



CLASSIFICATION SECRET

STATE	NAVY	NSRB	DISTRIBUTION								
ARMY	AIR	OSI	X								

DO NOT DETACH

25X1A

SECRET

A six-page detailed ZAKT report on the benzene installation at Erkner. It is stated in this report that the installation was based upon designs of the "Institute for Block Metallurgy of the USSR", that Prof. (fmu) Kusyrov and Dr. (fmu) Isayenko supervised the construction of the installation. The report gives a description of the installation and its operation, lists the results of trial production in 1947 and 1948, mentions laboratory tests with anthracene, phenanthrene, carbazole, acenaphthene. (6 pages).

A four-page blueprint of the pipe connections at the tar distillation part of the Erkner works.

A simplified one page blueprint of the Erkner tar distillation plant.

A two-page blueprint of benzol distillation operations at Erkner.

A flow sheet of benzol production at Erkner.

A graph of carbolic acid production also at Erkner.

A table of data on Erkner tar products.

A four page technical description of tar distillation in Erkner.

A 19 page report on carbolic acid protection in Erkner.

SECRET

**SECRET**

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7

B e r i c h t

25X1A

**Teerchemie Erkner - Anthrazenanlage**

**I. Auftrag**

Im Auftrage des Ministeriums für schwarze Metallurgie der UdSSR wurde in Erkner eine Anlage zur Gewinnung von Anthrazzen bzw. Carbazol als angereichertes Schleudergut gebaut. Die Herren Prof. Kusyrow und Dr. Isajenko haben den Aufbau der Anlage überwacht. - Bis zu seinem Abgang in die Tschechoslowakei erteilte Dr. Kahl ehem. Direktor der Rütgerswerke Anweisungen an Erkner für die Gewinnung und Aufarbeitung der betreffenden Fraktionen. Mit dieser Anlage soll versucht werden, angereichertes Anthrazzen- und Carbazol-Schleudergut zu gewinnen und aus diesem im Laboratorium durch Umkristallisieren usw. einige Filo Rein-Anthrazen und Rein-Carbazol herzustellen.

**II. Beschreibung der Anlage und des Arbeitsprozesses:**  
(Siehe Rohrleitungsschema für Anthrazen-Anlage TA/10/40826/20).

Die von den Teerdestillationen kommenden Fraktionen, welche auf Anthrazzen, Carbazol usw. aufgearbeitet werden sollen, werden durch die Leitung (Pos. 1) über den Verteiler (2) in die Sammelbehälter (1, 2, 3), die mit Dampfananschluss versehen sind, gedrückt. In diesen Behältern wird das Gut auf ca. 120°C erhitzt und durch Pressluft über die Rohrleitungen (5, 7, 8, 9, 10) in die Porges-Neumann-Kühler I, II, III, IV gedrückt. Der Inhalt eines Kühlers beträgt 12 cbm; jeder Kühler hat 14 Längellen mit 48 qm Kühlfläche. Für den Versuchsbetrieb genügt 1 Kühler. - Das erhitzte Gut, dem u.U. ein Lösungsmittel zugesetzt wurde, wird durch Abstrichter von den Längellen abgeschieden, damit die Kühlung gleichmässig gut vor sich geht.

Die auf die erforderliche Temperatur abgekühlte Fraktion geht durch beheizte Sammelleitungen (15, 18, 35) zur Duplex-Dampfpumpe (19), welche sie über die beheizte Leitung (20) zum Rührwerk (21) drückt. Dieses ist mit einem Spiral-Rührwerk versehen, das durch Motor angetrieben wird und 1 - 2 U/min. macht. Der Zweck des Rührers ist, eine Ablegerung der Kristalle zu verhindern. Das Gut fliesst nun durch die Produktleitung (23) zur Zentrifuge (39), wo es bis zur Trockene abgeschleudert wird. Die Zentrifuge wurde von der Firma Haubold, Chemnitz, speziell für Medien dieser Art gebaut; ihre Drehzahl beträgt 750 U/min. Das abfließende Öl geht über das Abfluss-Wechselventil (24) durch die Zwischenleitung (25) zu den Verteiler (26) von wo es wahlweise über Leitungen (30, 31, 34) zu den Behältern 3, 4 und 5 fliesst. Das trocken abgeschleuderte Gut wird kurze Zeit mit Spülöl nachzentrifugiert; das abfließende Spülöl läuft durch die Leitung für gebrauchtes Spülöl (28).

**BEST COPY**  
*Available*  
**THROUGHOUT**  
**FOLDER**

~~SECRET~~

25X1A

- 2 -

zum Behälter 6. Das frische Spülöl wird aus dem Kessel 3 durch die Spülöl-Leitung (42) zur Zentrifuge gedrückt.

Mitschen den Porges-Meumann-Kühlern I, II und der Zentrifuge existiert eine direkte Verbindun sleitung (15, 16, 17, 23). Das abgesiedelte Gut wird abgeschabt und fällt durch einen Trichter in Fässer u. dergl.

Die genaue Kapazität der Anlage wird sich erst nach Aufnahme der laufenden Produktion feststellen lassen. Schätzungsweise werden ca. 1 t Fröckengut pro Tag erzeugt werden können.

Für den laufenden Betrieb sind 6 Mann notwendig.

### III. Beschreibung der alten Anlage:

Von der nicht mehr bestehenden alten Anthrazzen-Anlage sind weder Zeichnungen noch analytische Daten vorhanden. Da die ehemaligen leitenden und facharbeiter nicht mehr da sind, ist eine Rekonstruktion der Anlage nicht möglich. Herr Muth weiß nur soviel, dass sie primitiv eingerichtet war. Sie bestand aus nur 4 Fässern für das Anthrazzenöl, 4 mit Filtertüchern besetzten Büscheln und 1 Zentrifuge. Das abtrennungsgetrennte Gut wurde per Hand in die Zentrifuge aufgelegt.

Zur Verarbeitung gelangte die Fraktion 250 - 350°C, und zwar wurde so gearbeitet, dass das von Weiterverarbeiter gewünschte 40%ige Anthrazzen abtrennen konnte. Bei dieser Anlage war die Gewinnung von filtriertem Anthrazzenöl der Hauptzweck, während das Anthrazzen nur als Nebenprodukt gewertet wurde. Carbazol wurde überhaupt nicht hergestellt. Das Anthrazzen (40%) wurde an das I.G.-Kern-Wolzen zur Herstellung von Rein-Anthrazzen abgegeben. Herr Muth von Arlber gibt an, dass sich die Laboratoriumsversuche nur auf die Feststellung des Anthrazzen-Gehaltes des fertigen Schleudergutes erstreckten, da bei der primitiven Minierung der Anlage eine andere Aufarbeitung der Anthrazzenöl-Fraktion überhaupt nicht möglich war. Er gibt ferner an, dass die Anlage ab 1939 nicht mehr Anthrazzen (40%) mehr lieferte. Die Kapazität war klein, sie betrug 5 - 10 t Anthrazzen.

### IV. Bisherige Versuchsergebnisse:

Im Dezember 1947, Januar und Februar 1948 wurden in vier Tiefdestillationen aus 172,7 t entwässertem Rohteer von Lichtenberg rd. je 10 t Anthrazzen- und Carbazol-Fraktion gewonnen und gesammelt. Die Gehalte an Anthrazzen und Carbazol dieser Fraktionen betragen im Durchschnitt

a) Anthrazzen-Fraktion: Siedegrenze 300-325°C, Klarpunkt 80°C  
10,5 % Anthrazzen  
3 % Carbazol

b) Carbazol-Fraktion : Siedegrenze 320-350°C, Klarpunkt 85°C  
11 % Carbazol  
4 % Anthrazzen.

V. Nach Fertigstellung der Anthrazzenanlage wurden diese 2 Fraktionen aufgearbeitet. Dabei wurden folgende Erfahrungen in maschinentechnischer Beziehung gemacht bzw. Ausbeuten erzielt.

#### 1.) Erfahrungen mit der apparativen Einrichtung.

a) Kühler: Bei den 2 oberen Porges-Meumann-Kühlern traten bei voller Füllung mit Anthrazzen-Fraktion bei einer Temperatur von 20°C starke Schwingungen auf. Anscheinend addieren sich

-3-

~~SECRET~~

SECRET

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP82-00415R013500030001-7

25X1A

- 3 -

die Eigenschwingungen der Welle mit denen der Konstruktion. Die erste Untersuchung durch die Baufirma ergab, dass die Schwingungen bei Füllung mit Wasser nicht auftreten. Es wird sieger notwendig sein, die Vertikal-Schwingungen durch Einbau von Trägern zu vermindern. Es ist möglich, dass bei halber Füllung der Kühler die Schwingungen nicht auftreten.

Bei Kühler 3 verschob sich die Welle axial um ca. 15 mm. Der Schaden wurde behoben.

Kühler 4 kann nicht in Betrieb genommen werden, da der Motor fehlt.

Die Kühlwirkung: der Kühler ist für den Betrieb ausreichend. Bei Temperatur des Eintrittsgutes bis 120°C bereitete es keine Schwierigkeiten, das Produkt auf 15°C abzukühlen. Die Konstruktion muss als unzweckmäßig angesehen werden, da ein Reinigen oder Entfernen der Lamellen nicht möglich ist, was sich im Winter sehr unangenehm bewerkstelligen wird. Erforderliche Reparaturen an den Lamellen werden zeitraubend und schwierig sein. Wird eine Lamelle schadhaft, so fällt der Kühler für die ganze Dauer der Reparatur aus. Z.B. müssen bei Beschädigung der 7. Lamelle sämtliche Platzvorrichtungen, der Antrieb und die Stoffbuchsen ausgebaut und die Welle herausgezogen werden, um dann erst die betreffende Lamelle ausbauen zu können.

- b) Rührwerk: arbeitet bisher einwandfrei. Lvtl. Reparaturen an Getriebe oder am Rührer können leicht durchgeführt werden.
- c) Zentrifuge: Die bisherigen Versuche, Anthrazene und Carbazol aufzuarbeiten, ergeben folgende Wahrnehmungen:  
Die Beaufschlagung, der Zentrifuge ist ungleichmässig, wodurch Schwingungen auftreten, die aber von der Grösse der Kristalle des Gutes abhängen. So traten bei Abzentrifugieren von Anthrazen keine grossen Schwingungen auf. Bei Carbazol jedoch, das sehr kleine Kristalle bildet, waren die Schwingungen so gross, dass nicht mit voller Drehzahl (750 n) gefahren werden konnte. Es wurde vermutet, dass die ungleiche Beaufschlagung durch Rüben bei den Stössen der inneren Siebleche hervorgerufen wird, wobei kleine Carbazol-kristalle zusammen mit Schleuderöl herausströmen. Am 2.3.48 wurden die Stösse mit Asbest abgedichtet; beim anschliessenden Zentrifugieren von Carbazol traten keine wesentlichen Schwingungen auf.

Erhaltene Produkte:

a. Anthrazene-Faktion W 20° = 1,110

Die Faktion geht bei 300 - 325°C über (Labordestillation) entsprechend einem Siedeverlauf von 205 - 240°C bei der Betriebsdestillation, wobei ein Vacuum auf der Vorlage von 680 mm Hg und in der Retorte von 520 mm Hg gehalten wurde. Die Faktion enthält im Durchschnitt 10,5% Anthrazene und 3% Carbazol.

Die Retortenboden-Temperatur bei der Destillation betrug 410°C.

Bei der Aufarbeitung der Faktion wurden die Temperaturen variiert, und zwar wurde einmal bei 35°C, die übrigen Male bei 18 - 20°C zentrifugiert. Als Zusatz- und Spülöl wurde gereinigtes Lösungsbenzol II verwendet. Schleuderzeit 45 - 60 Min., Spülzeit 1 Min.

-4-

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP82-00415R013500030001-7

**SECRET**

25X1A

- 4 -

Anthrazzen-Schleuderertragsgewinnung.

	angewandte Menge in kg	Temperatur	Schleuderergut	Reinheitsgehalt	
	Anthr.Frakt. LBII Waschöl	kg	kg	, d.	Anthr.Frakt. %
Ia	4 800) ein	630	350	465	10,3
Ib	4 200) Versuch	-	510	180	630
II	4 000	315	-	20	1345
Summe	8 800	945	510	2440	27,7
					21,1

Gesartausbeute berechnet auf Rein-Anthrazzen = 515 kg. bei einer festgestellten analytischen Gehalt in der Fraktion von 91,0 kg; die Ausbeute beträgt daher 56%; bezogen auf entwasserter Teer = 0,35 %.

Insgesamt wurden 9 Zentrifugen Schleuderertrags gewonnen. Bei der Aufarbeitung der 8800 kg Anthrazzen-Fraktion wurden rd. 950 kg Zusatzöl und rd. 600 kg Spülöl verbraucht. Betriebs schwierigkeit n bei der Aufarbeitung traten nicht auf. Das geschleuderte Gut fiel trocken an.

**B. Carbazol-Fraktion W. 20°C = 1.120**

Die Fraktion geht bei 320 - 350°C über (Labor destillation), entsprechend einem Siedeverlauf von 240 - 255°C bei der Betriebs destillation, wobei ein Vacuum auf der Vorlage von 700 mm Hg und in der Retorte von 580 mm Hg abgeschalten wurde. Die Fraktion enthält 1% Durchschnitt 11% Carbazol und 4% Anthrazzen.

Die Retortenboden-Temperatur bei der Destillation betrug 500°C und war zeitweise noch höher.

Die Versuchsbedingungen wurden variiert. Um die Kristallbildung zu begünstigen, wurde die 90 - 100°C heiße Fraktion bei den letzten Versuchen direkt ins Kühlwerk gedrückt, also unter Umgehung der Kühlner, und dort ruhig stehen gelassen wobei es auf 18 - 20°C abkühlte. Als Zusatz- und Spülöl wurde bei allen Versuchen gereinigtes Lösungbenzol II verwendet. Schleuderzeit 60 Min., Spülzeit 1 Min.

Da das erhaltene Schleuderergut noch nicht analytisch aufgearbeitet ist, kann noch keine Stoffbilanz aufgestellt werden. Es wurde daher ermittelt, dass aus 9200 kg Carbazol-Fraktion ca. 800 kg Schleuderergut anfiel; Carbazol-Bestimmungen im Schleuderergut dreier Zentrifugen ergaben einen Carbazol-Gehalt von ca. 40%.

Das Resultat war bisher wenig befriedigend, da das anfallende Schleuderergut bis auf die ersten Zentrifugen schwierige Konsistenz hat. Die Carbazol-Kristalle sind so klein, dass eine Aufarbeitung durch direktes Zentrifugieren anscheinend nicht zweckentsprechend ist.

Da die letzten Fraktionen bei der Teerdestillation den höchsten Gehalt an Carbazol aufweisen, muss die Destillations temperatur sehr hoch getrieben werden, wobei die Retortenboden stark leiden. Eine Dauererzeugung von Carbazol ist daher nur möglich, wenn die Retortenbeschaffung gesichert ist.

**SECRET**

-5-

**SECRET**

- 5 -

**VI. Laboratoriums-Arbeiten.**

1.) Anthrazen. Es sind Versuche im Gange, durch mehrfaches Umkristallisieren des Anthrazens-Schleuderutes mit abgetopptem Leichtöl eine Anreicherung zu bewirken. Man hofft, ein 90 - 95%iges Produkt im Labor unschwer zu erzielen.  
Das abgetoppte Leichtöl enthält noch 3 - 4% Basen und 8 - 10% Säuren; der Kaptaulin-Gehalt soll so klein wie möglich sein.

2.) Phenanthren. Das beim Abzentrifugieren des Anthrazens entfallende Schleuderöl enthält Phenanthren. Es soll redestilliert und dabei eine an Phenanthren angereicherte Fraktion abgezogen werden. Man hofft, dann im Schleuderut 60 - 70% Phenanthren zu erhalten. Durch Sulfurierung könnte 80%iges Phenanthren im Labor gewonnen werden.

3.) Carbazol. Derzeit wird das abgeschleuderte Gut analytisch untersucht.

4.) Acenaphthen, Diphenylenoxyd, Fluoren. Um im Labor die Gehalte an den benannten Produkten feststellen zu können, wurden bei der Betriebsdestillation die entsprechenden Fraktionen herausgeschnitten:

Siede-Analysen der Acenaphthen, Diphenylenoxyd und Fluoren-Fraktion.  
(Betriebsdestillation)

Temp. °C	Acenaphthen-Fraktion	Diphenylenoxyd-Fraktion	Fluoren-Fraktion
Beginn	265°	266°	279°
270°	6%	2%	-
275°	16%	5%	-
280°	53%	11%	-
285°	78%	30%	-
290°	85%	66%	12%
295°	90%	87%	42%
298°	95%	95%	-
300°	-	-	76%
305°	-	-	90%
309°	-	-	95%
Wichte 20°	1,07	1,074	1,085
Klarpunkt	25	36	42
<u>Vacuum:</u>			
Vorlage	660 mm Hg	660 mm Hg	700 mm Hg
Retorte	580 " "	540 " "	540 " "
<u>Temp. °C</u>			
ob. Dephl.			
Anf. d. Frakt.	155°	177°	180°
Ende d. Frakt.	170	180	190
Obérster Kol. Bod.			
Anf. d. Frakt.	175°	175°	175°
Ende "	180	182	202

**SECRET**

-6-

**SECRET**

- 6 -

Je 50 kg dieser Fraktion werden im Laboratorium einer fraktionierten Destillation unterworfen. Diese Arbeiten sind im Gange. Vor der Destillation wird das Gut entstaubt und entbast.

Siede- und Schmelzpunkte der einzelnen Produkte.

	<u>Siedepunkt</u>	<u>Schmelzpunkt</u>
Acenaphthen	279°	95°
Diphenylenoxyd	288°	86°
Fluopen	293°	113°
Phenanthren	340°	98,5°
Anthrazren	342°	216°
Carbazol	353°	244°

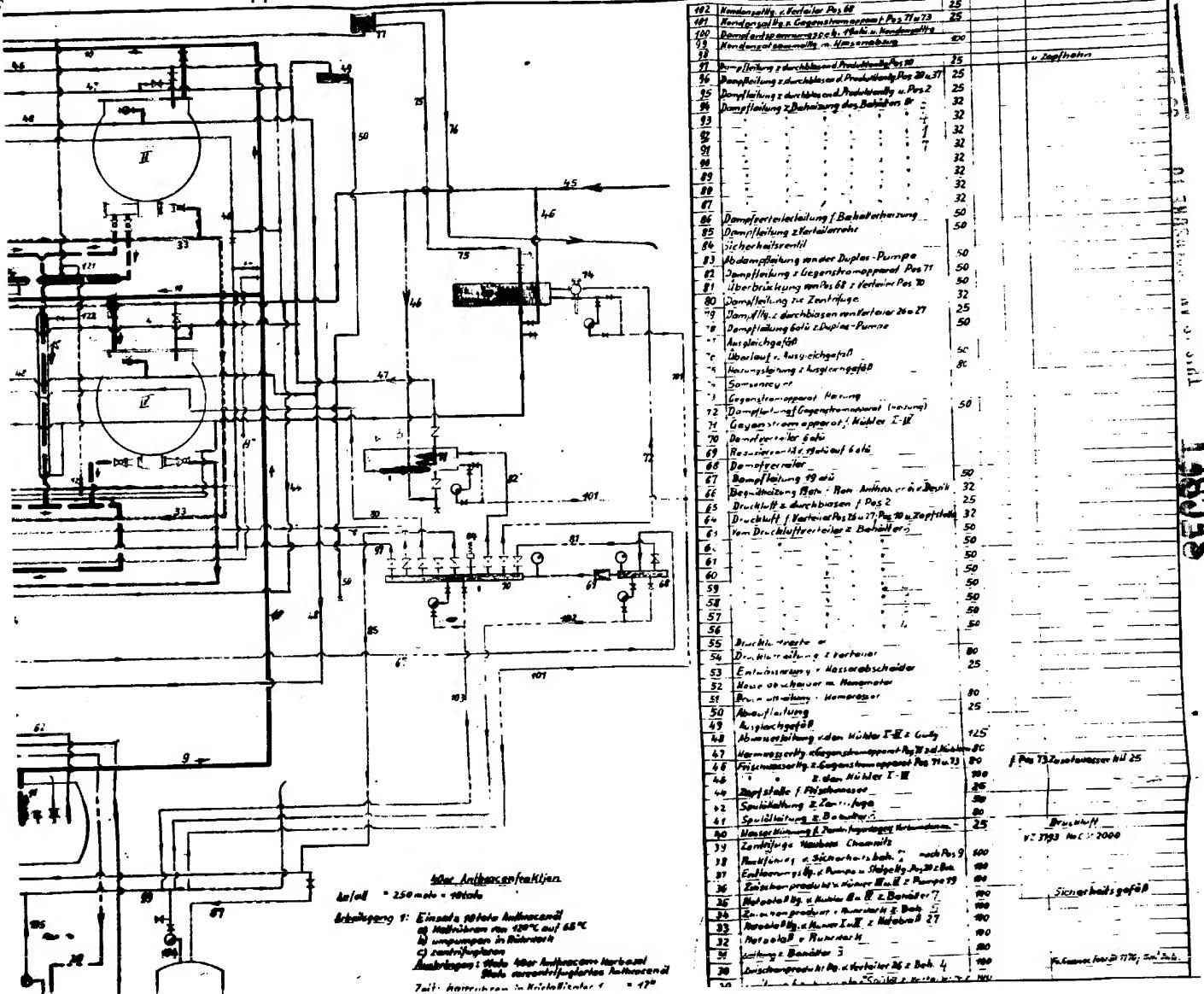
*... & Kämmisch*

DZVB/III 2-fach  
Rostoffbüro Lpz. 2-fach

**SECRET**

25X1A

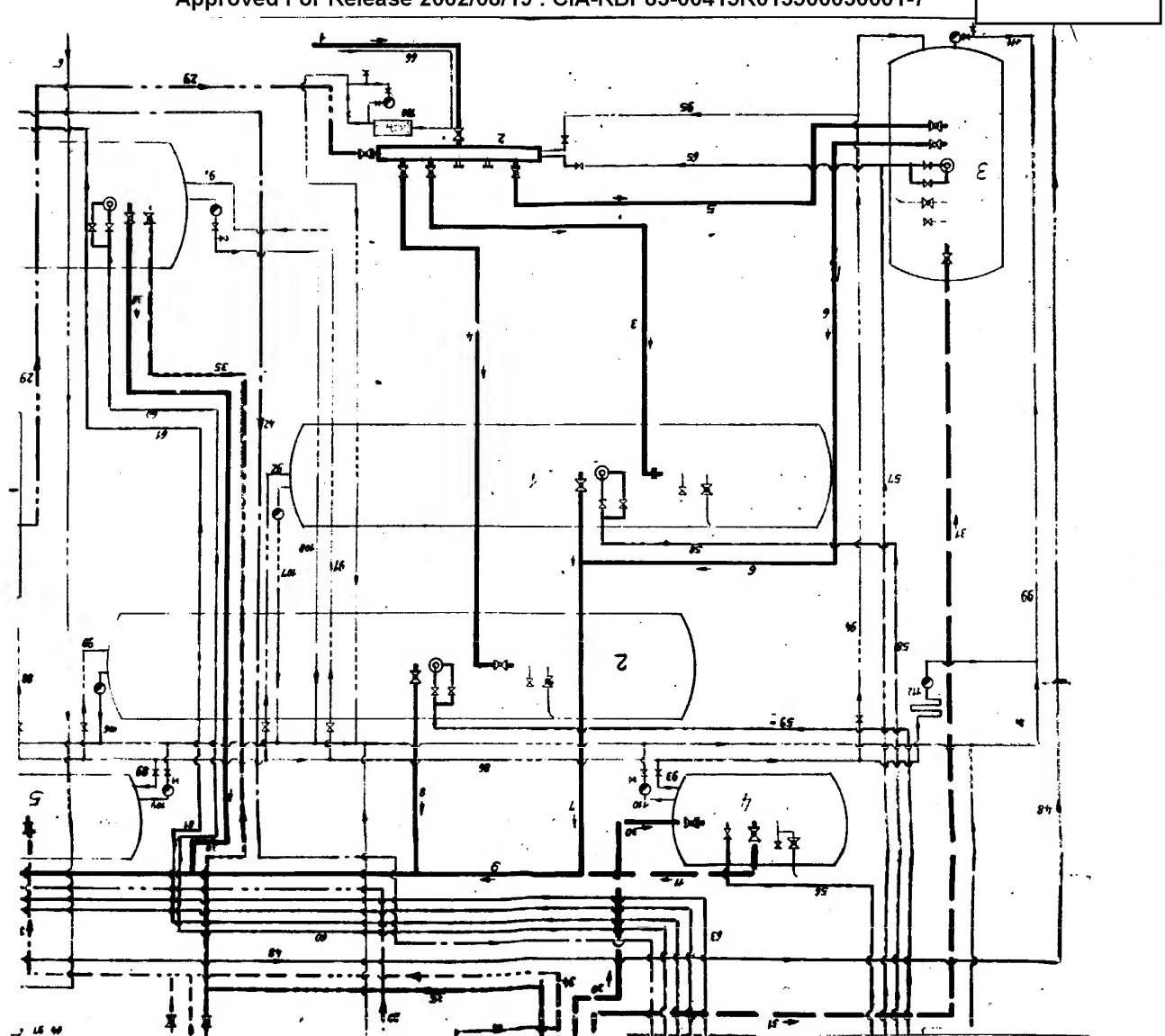
Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7



Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7

25X1A

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7

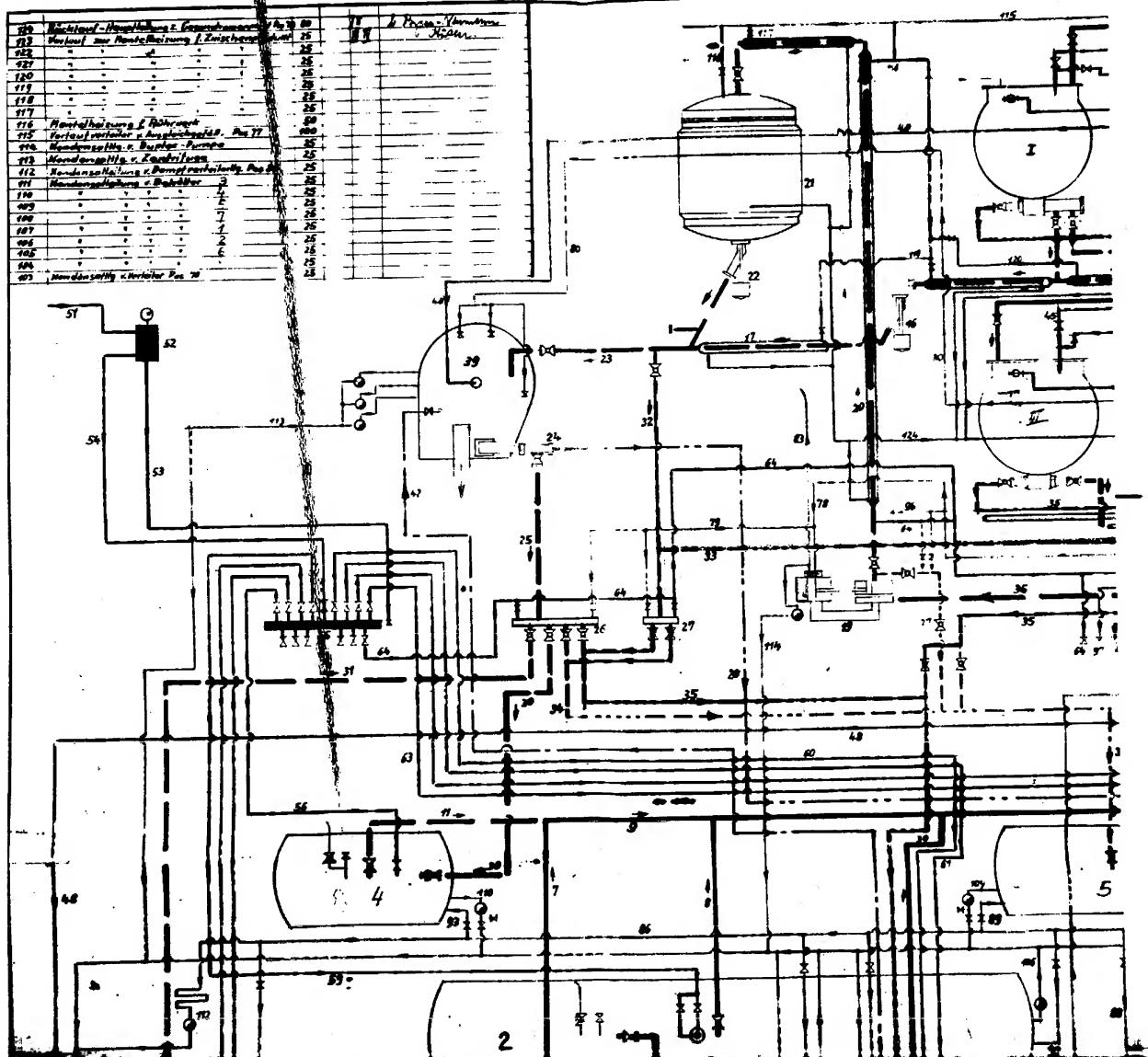


SECRET

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7

25X1A

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7

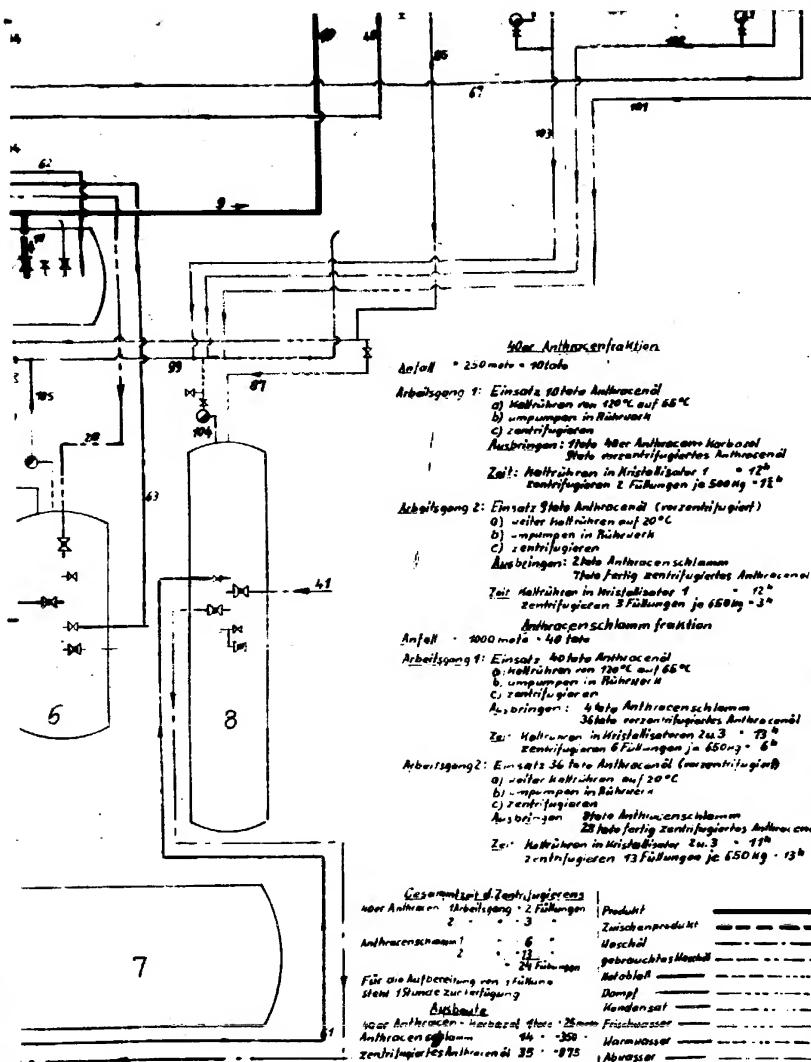


SECRET

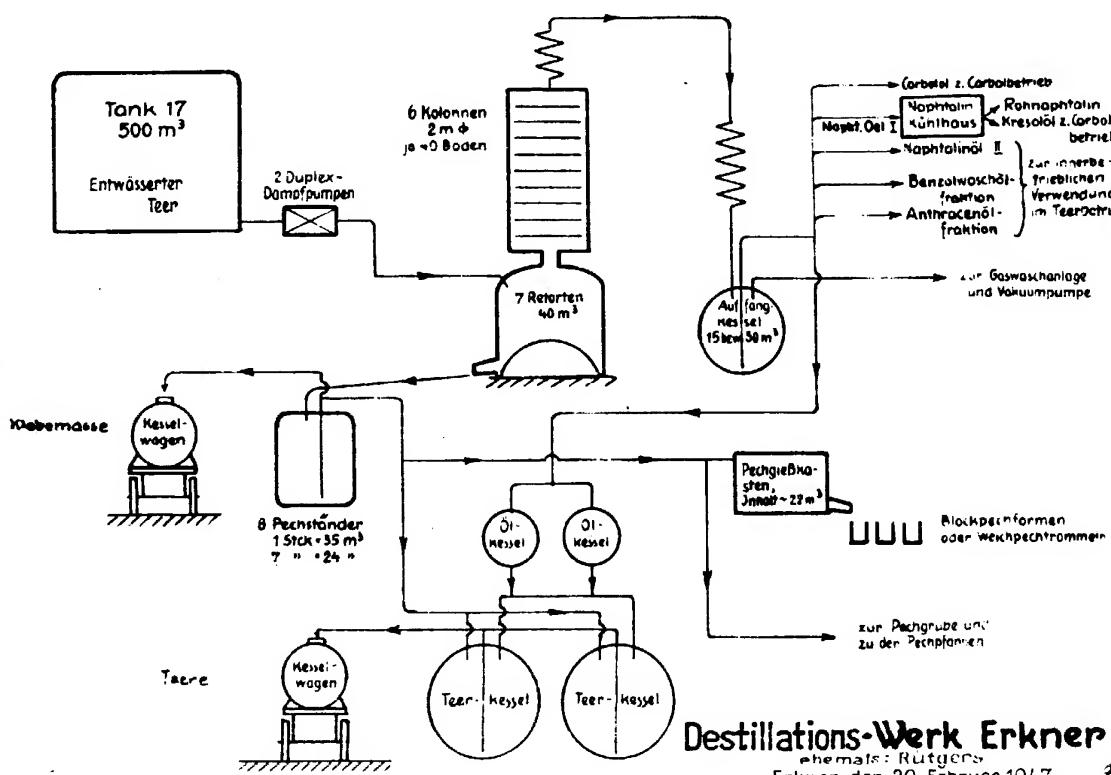
SECRET

25X1A

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7



## Vereinfachtes Schema der Teerdestillation



Reporte 1, Kohlenfeuerung  
 geflickter Boden,  
 " 2: ~~neufabau ohne Kohle~~ nach  
 " 3: alt, Kohlenfeuerung  
 " 4: ~~Ölförderung~~ ~~Kohlenfeuerung~~  
 " 5: Kohlenfeuerung Reg. auf 1000°C  
 " 6: ~~Ölförderung~~ ~~Kohlenfeuerung~~  
 " 7: neuer Boden, Konienfeuerung

! Refute = 40 m<sup>3</sup> entwässerter Tiefen ~ 40 t  
 Dauer einer Destillation 24 - 36 Std  
 Abkühlung 4 - 6 Std (Volumen 1000 mm<sup>3</sup> bei 220 mm Hg  
 Temperatur max 370°  
 Ausbeute ca. 22 % Pech  
 ocer " 25 t ~ 100000 l  
 " 32 t St. werksteuer  
 " + Öl ca 40 t pro Pech jeer

Differenz: Öl und Verlust

Energieverbrauch  
 mit Heizöl ca. ca. 11 je Rettorte  
 Braunkohle ca. 25-37 " "  
 bei Döpfer je 500 KG Dampf je "  
 zusätzlich ca. 100 KWH je Rettorte  
 für Exhaustor und U-ferrwindmotoren.

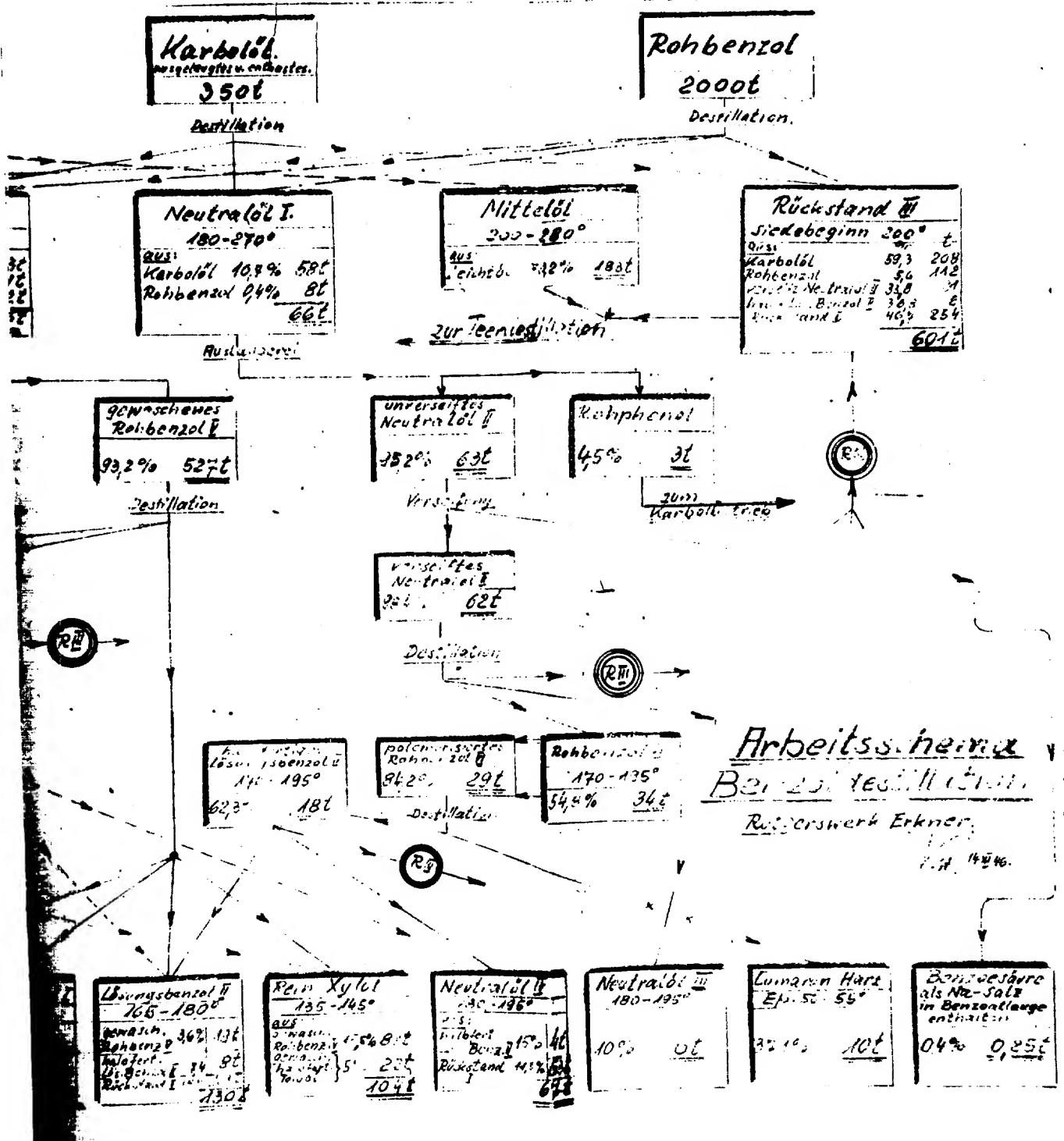
# Destillations-Werk Erkner

25X1A

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7

25X1A

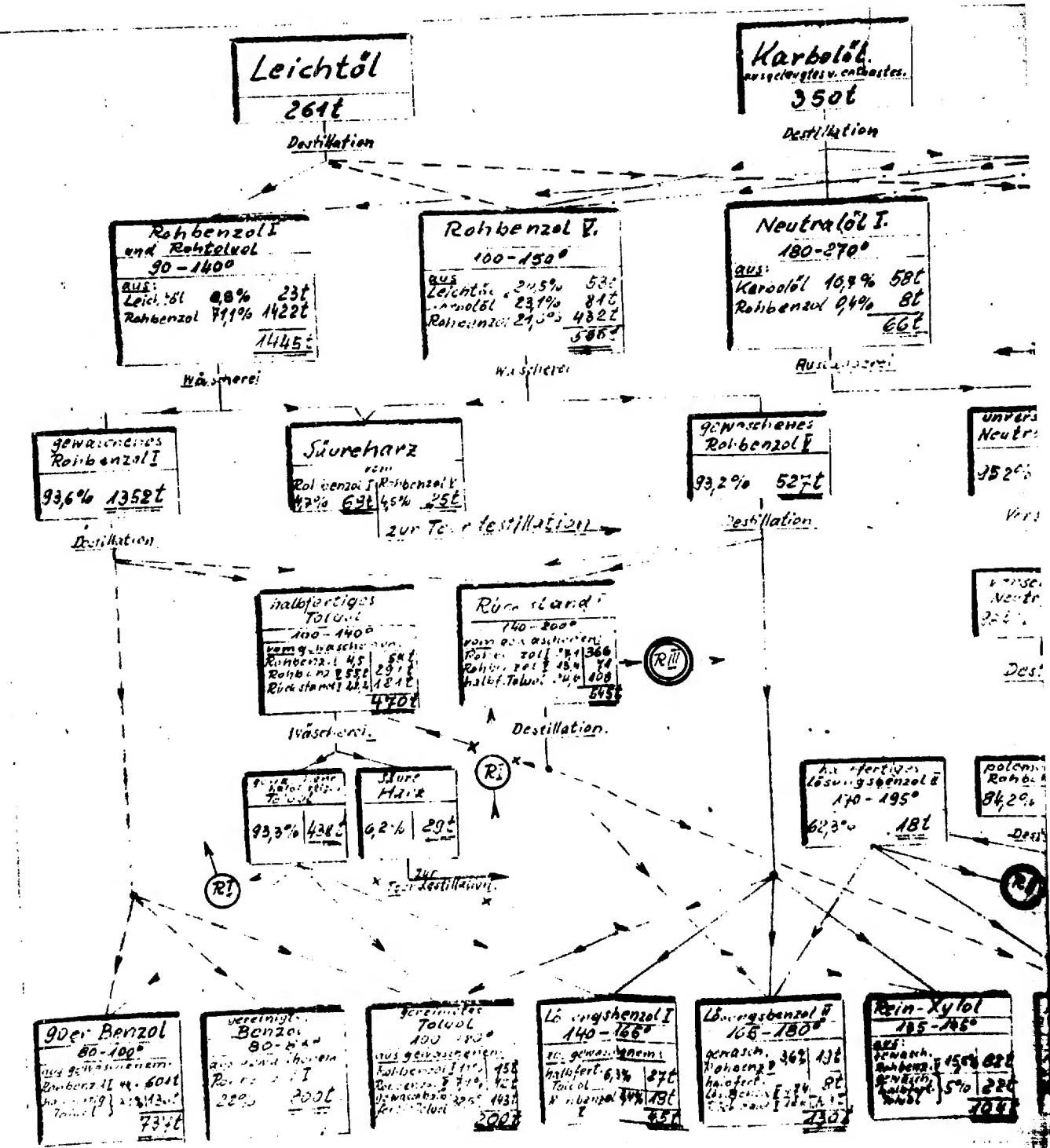
SECRET



Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7

25X1A

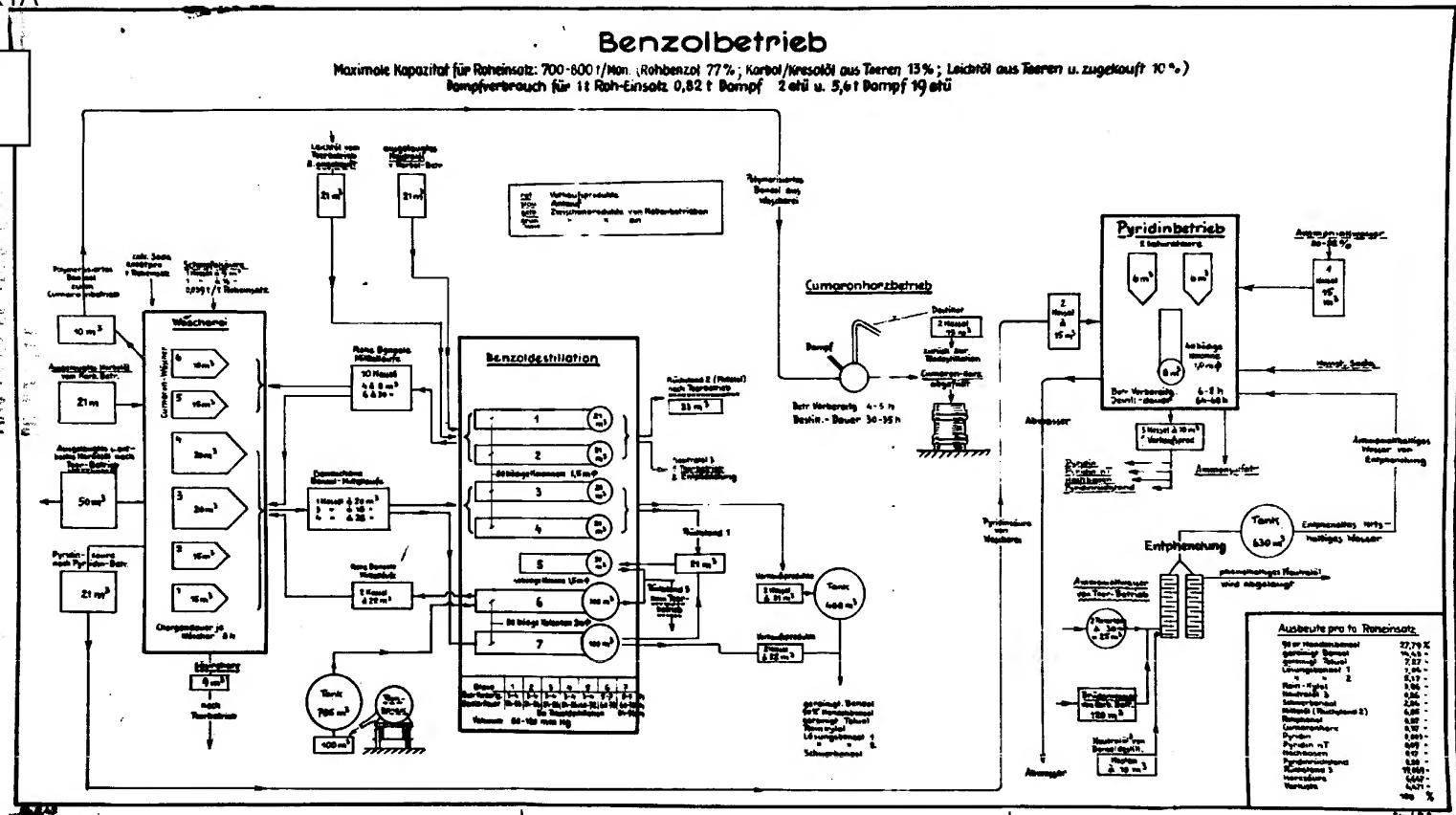
SECRET



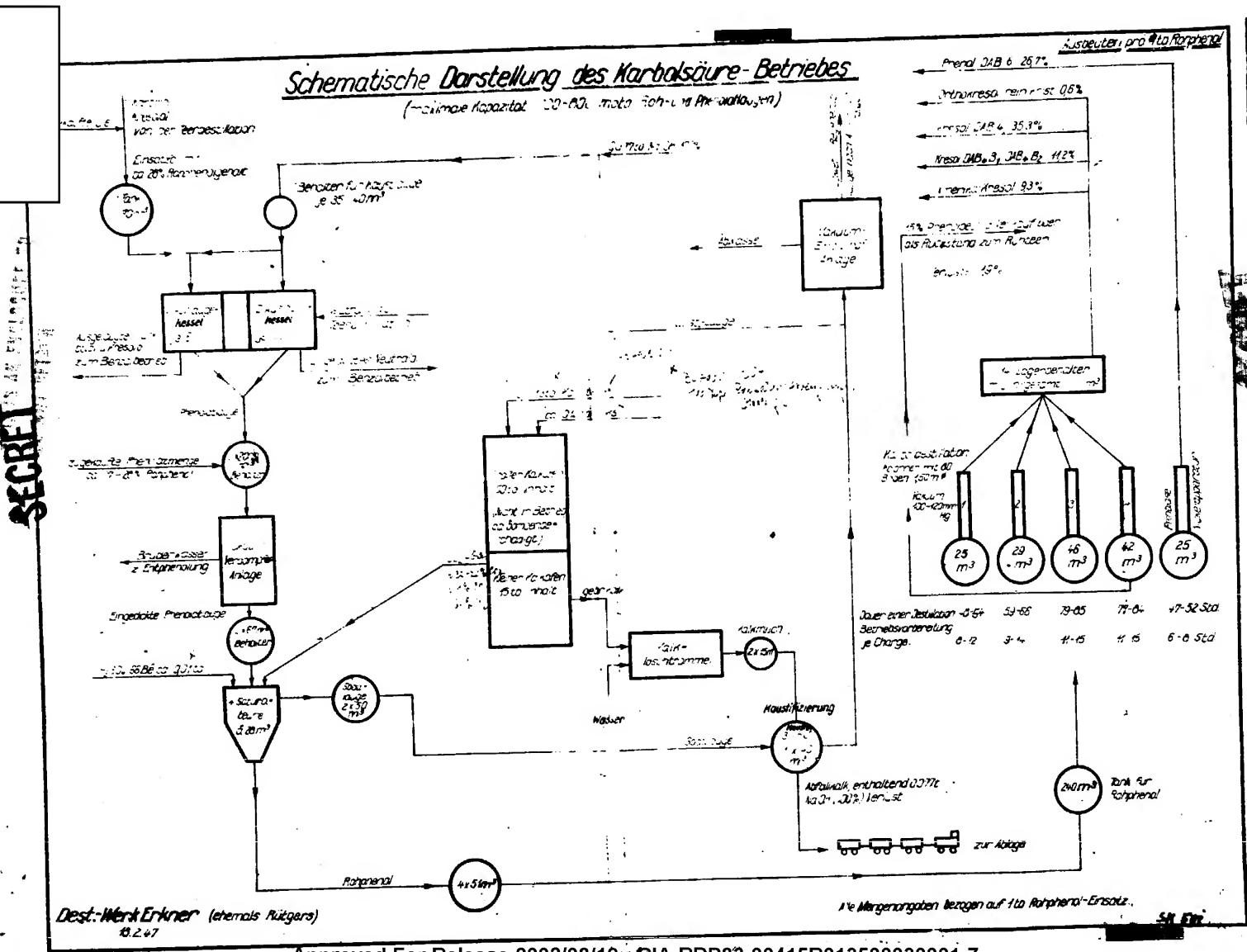
25X1A

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7

25X1A



25X1A



SECRET

## markante Teerprodukte

Produkte	Spez. gew. Spez. Verbrauch je Tonne					
	b.20 ca.	0. C. t	Kohle t	Kampf t	Koch t	Wiedergrenzen
Leichpech	1,22	1,8	0,6	17	0,09	Beginn ca. 250°
Hartpech	1,27	2,1	0,65	20	0,11	" über 300°
Kabelteer	1,15	1,15	0,58	18	0,09	" " 240°
Stahlwerksteer	1,18	1,25	0,58	16	0,09	ca. 225°
präp. Teer	1,15	1,15	0,55	16	0,09	" " 225°
Strassenteer	1,18	1,30	0,58	16	0,09	" " 225°
Teerölgefäisch	1,04	5	0,62	17	0,09	220°-320°
Benzolwaschöl	1,03	11	0,62	17	0,09	225°-290°
schweres Teeröl						
Naphthalin- asche	1,04	15	0,64	18	0,09	235°-290°
Heizöl	1,07	4	0,52	15	0,09	220°-350°
Naphthalin	0,8	28	0,32	15	0,08	210°-230°

~~SECRET~~~~THIS IS A COPY OF DETACH~~

Abschrift / Bt.

Betriebsbeschreibung des  
Teerbetriebes

A.) Teerentleerung.

Der Rohteer wird im Werk hauptsächlich durch Kesselwagen, zum Teil durch den 100 t fassenden Tankwagen Erkner II, ausgeführt. Die Kesselwagen werden, soweit sie eine Heizungsschlange besitzen, durch diese, sonst durch direkten Niederdruckdampf aufgewärmt und in die Teerrinne oder Teergrube abgelassen. Von dort wird der Teer mit Duplex-Dampfpumpe in den 2000 cbm fassenden Rohteertank (Nr. 3) gepumpt. Der Tank ist zwar isoliert, jedoch ist seit 1943 die Heizungsschlange defekt und blindgeflossen. Zusätzlich kann zum Ablassen von Kesselwagen, insbesondere solcher mit tiefliegendem Ablauf, auch die alte Teergrube von etwa 100 cbm Inhalt benutzt werden. Eine zweite Duplex-Dampfpumpe in unmittelbarer Nähe der Grube gestattet von hier zur Teerentwasserung oder in den Vorratstank zu pumpen.

An der Teerrinne können gleichzeitig 5 Kesselwagen, an der Teergrube 2 Kesselwagen entleert werden. Die Entleerungszeit eines normalen Kesselwagens beträgt im Sommer ca. 2 Stunden, im Winter kann sie bei starkem Frost bis auf 24 Stunden und länger, je nach dem Feuchtegehalt des Rohteeres, ansteigen.

B.) Teerentwasserung.

Zur Teerentwasserung, die kontinuierlich arbeitet, dient die Entwasserungsblase 1 von 18 cbm Fassungsvermögen. Sie wird mit auf 10 at reduziertem Hochdruckdampf beheizt. Der Rohteer wird mittels Kreiskolbenpumpe aus dem Tank 3 oder mittels Duplex-Dampfpumpe aus der Teergrube kontinuierlich der auf einer Temperatur von 150 - 140° gehaltenen Entwasserungsblase zugeführt und läuft mit einem Wassergehalt von Spuren bis 0,3 % über einen Syphon (der das Leerlaufen der Blase verhindert) am unteren Ablauf der Blase in freiem Fall in den Vorratstank (Nr. 17) ab. Dieser Tank hat ein Fassungsvermögen von ca. 500 cbm. Die bei der Entwasserung abdestillierenden Wasser- und Leichtöldämpfe werden in Kühler kondensiert und dann durch Schaugläser dem Scheidebehälter zugeführt. Aus diesem läuft, nach dem Prinzip der kommunizierenden Röhren, oben das Leichtöl und unten das Ammoniakwasser durch Steigrohr in die im Keller liegenden Auffangkessel. Von hier wird das Leichtöl zur Weiterverarbeitung zum Benzolbetrieb mit Druckluft gedrückt und das Ammoniakwasser mit einem Gehalt von knapp 1 % NH<sub>3</sub> und ca. 0,5 % Phenol der Entphenolung zugeleitet.

Die Leistung der Teerentwasserung beträgt bei den jetzt meist ziemlich hohen Wassergehalten unserer Rohteeranlieferungen (zwischen 10 und 20 % Wasser) 100 bis 150 t entwasserter Teer in 24 Stunden. Der Dampfverbrauch der Entwasserungsblase liegt nach früheren Erfahrungen (Dampfmesser sind noch nicht wieder vorhanden) bei ca. 3 t je Stunde. Die größere Reserve-Entwasserungsblase 2 hat erheblichen Brandschaden seit dem Bombenangriff und wird jetzt repariert.

C.) Teerdestillation:

Der im Vorratstank 17 (isoliert) gesammelte entwasserter Teer

~~SECRET~~

**SECRET**

25X1A

- Blatt 2 -

wird mit einer Temperatur von ca.  $160^{\circ}$  chargenweise in die Teerdestillation zur Füllung der Retorten abgegeben. Mittels Dampfpumpe (Reservepumpe vorhanden) wird der entwässerte Teer in die Retorten gepumpt, wobei eine gewissen Abkühlzeit der Retorten nach dem Ablassen der vorhergehenden Charge einzuhalten ist. Wenn beim Ablassen der Retorten keine Schwierigkeiten eintreten, was infolge Benutzung von dampfbeheizten (aber leider sämtlich undichten) Dreiegehähnen sehr häufig der Fall ist, liegt normalerweise zwischen Ablassen und Füllen der Retorten eine Pause von ca. 6 Stunden. Das Füllen der Retorten erfolgt unter geringem Vacuum, damit (wegen der auftretenden Oldämpfe) die Höhe der Füllung genau gemessen werden kann. Gefüllt wird ca. 70 - 80 mm cm vom oberen Maßstabe aus (freier Raum), so daß die normale Füllung rund 40 cbm = rund 42 t beträgt. Die Retorten werden teils mit Ölfeuerung (jetzt nur noch Retorte 6), teils mit Braunkohlenfeuerung beheizt. Letztere erfolgt von Hand, da die automatischen Turfvorrichtungen nur für Steinkohlen gebaut sind und abmontiert werden. Infolge des überaus starken Angriffe des Feuerwerkes der Ölfeuerarten Retorte soll auch die letzte bald auf Kohlenfeuerung umgebaut werden. Für die Heizung von drei kohlenfeuerarten Retorten genügt 1 Heizer.

Der Destillatuar nimmt folgende Fraktionen ab:

1. Karbolöl vom Beginn bis zum Auftreten von Naphthalinscheidungen.
2. Naphthalinöl I vom Ende des Karbolöls über den höchsten Klarpunkt (Kristallisationspunkt) bis erdwarts Klarpunkt 30.
3. Naphthalinöl II vom Klarpunkt 30 $^{\circ}$  bis zum Verschwinden der Naphthalinscheidungen.
4. Benzolwaschölfaktion bis zum Auftreten der ersten Kristallausscheidungen.
5. Anthracenölfaktion nach der Schulzeschen Spindel bis zum Spindelgrad 55 bei Weichpech und bis zum Spindelgrad 61 - 64 $^{\circ}$  (je nach Lgegehalt) bei Brikettpech. (Erweichungspunkt 60 - 75 nach Kramer-Sarnow).

Sämtliche Angaben beziehen sich auf Proben aus dem laufenden Destillat.

Zur Charakterisierung und Weiterverarbeitung der abgenommenen Ölfraktionen sei folgendes gesagt:

1. Das Karbolöl ist ein vorzugsweise Phenol, Kresol, höhere Benzole und wenig Pyridinbasen enthaltendes, praktisch kristallfreies Öl mit einem spez. Gewicht von 0,97 - 0,98 bei 20 $^{\circ}$ . Seine Siedegrenzen liegen etwa zwischen 150 und 235 $^{\circ}$ . Das Öl wird an den Karbolbetrieb zur Weiterverarbeitung abgegeben. Die Ausbeute beträgt etwa 5 - 7 % vom entwässerten Teer.
2. Das Naphthalinöl I (Ausbeute etwa 6 - 8 %) wird zum Naphthalinkühlhaus gedrückt. In den Kühlkästen kühlte es im Winter etwa 3 Tage, im Sommer etwa 1 Woche bis auf Außentemperatur ab. Die flüssigen Bestandteile (Kresolöl) werden in Vorratskessel abgelassen und von dort zum Karbolbetrieb zur Weiterverarbeitung geleitet. Die festen Bestandteile sind das sogenannte Rohnaphthalin. Dieses wird aus den Kästen von Hand auf die Tropf-

**SECRET**

- Blatt 3 -

**SECRET**

25X1A

- Blatt 3 -

bühne abgeworfen und besitzt nach mindestens 1 - 2 tagigem Abtropfen einen Erstarrungspunkt von etwa 65 - 75°. Das Kresolöl hat etwa die gleichen Siedegrenzen wie das rohe Naphthalinöl I (etwa 195 - 225°) und besitzt auch das gleiche spez. Gewicht von etwa 1,00. Es enthält hauptsächlich Kresole, etwas Phenol, höhere Benzolhomologen (Lösungsbenzol II und Schwerbenzol) und hochsiedende Basen. Die Ausbeute an Rohnaphthalin und Kresolöl beträgt je rund 50 % der Naphthalin I - Menge.

3. Das Naphthalinöl II besitzt folgende Eigenschaften: Siedegrenzen etwa 210 - 240°, spez. Gewicht 1,01 und enthält praktisch kein Kresol und gar kein Phenol, wohl aber Xylenole. Benzole sind in ihm nicht mehr vorhanden. Es dient zur innerbetrieblichen Verarbeitung im Teerbetrieb. Im Gemisch mit anderen noch schwereren Teerölen zu Konsistierungen von Teeren aller Art und zur Herstellung von Heizöl, Benzolwaschöl, Treiböl usw. Die Ausbeute beträgt ca. 5-6 %.
4. Die Benzolwaschölfaktion ist die Grundlage und der Hauptbestandteil der Benzolwaschölfabrikation und Treibölfabrikation. Sie wird als solche oder mit geringer Heimischung von Naphthalinöl II und Anthracenöl verkauft. Die Siedegrenzen liegen etwa zwischen 225 und 280°, das spez. Gewicht bei 1,02 - 1,04. Die Ausbeute beträgt etwa 6 - 8 %, und ist etwas davon abhängig, ob dem Kohleter ausgebrauchte, zurückgelassene Benzolwaschöle beigemischt wurden.
5. Die Anthracenölfaktion siedet etwa von 270 - 340°. Da die Filtration zwecks Herstellung von filtriertem Anthracenöl und Karbolinum, wie es früher gewonnen wurde, nach dem Bombenangriff infolge Zerstörung aller entsprechenden Betriebsstätte nicht mehr möglich ist, wird das Anthracenöl nur zur Konsistierung von Teeren aller Art und als Zusatz zu Ölen, wie Heizöl, Fehlheizöl usw. benutzt. Sein spez. Gewicht liegt etwa bei 1,05 - 1,10. Die Ausbeute beträgt bei der Destillation auf Hartpech etwa 12-15 %, je nach der Menge des gewonnenen Fisches.

Wegen der Knappheit der Wechselvorlagen wird häufig das Naphthalinöl II und das Anthracenöl in dieselbe Vorlage destilliert, was im Hinblick auf die Verwendung als Konsistöl ohne Bedeutung ist. Hat die Retorte annähernd den gewünschten Endspindelgrad erreicht, so wird sie abgefeuert und zur Ausnutzung der Hitze des Feuerraumes noch solange weiter destilliert, wie eine nennenswerte Destillationsmenge abläuft. Das Vacuum imx in der Retorte wird nun mehr durch Zusatz von Wasserdampf (Niederdruck) von der Vorlagenseite her aufgehoben, sodass sich auch die Kolonne mit Dampf füllt. In früheren Jahren, als der große Kalkofen des Karbolbetriebes überschüssige Kohlensäure abgeben konnte, wurde als Schutzgas (wegen der Explosions-Gefahr) anstelle von Dampf Kohlensäure benutzt. Nach etwa 1 - 2-stündiger Auskühlung des Feuerraumes wird der Retortenrückstand (Weichpech oder Fisch) in die Kochständer abgelassen. Nach 4 - 5-stündiger Abkühlzeit wird dann aus dem Vorrat an entwässertem Teer neu gefüllt.

Zur Kontrolle der Destillation dienen zusätzlich noch folgende Einrichtungen:  
Am Destillationsstand befinden sich Schaugläser mit Röhrchenzähler, die es gestatten, den Lauf und die Menge der Destillate zu beobachten. Der Drehregulator auf jeder Kolonne regelt durch Zugabe von mehr oder weniger kaltem Wasser und entsprechender Kaltung eines

- Blatt 4 -

**SECRET**

SECRET

- Blatt 4 -

gewissen Wasserstandes vor allem in der Kerbolöl- und Kaphthalinöl I - Periode die Länge des Kolonnenrücklaufes und damit die Güte der Fraktionierung. Manometer am Destillierstand gestatten die Kontrolle des Vaccums, das möglichst hoch sein soll und im allgemeinen 100 - 200 mm Quecksilber (absolut) beträgt. Thermometer in den Destillatleitungen zeigen die Destillattemperaturen an, die unter Berücksichtigung des jeweiligen Kristallisationspunktes der laufenden Fraktionen möglichst niedrig zu halten ist. Am Destillationsstand befindet sich ferner ein Meßinstrument, welches durch Umschaltung die Temperatur jedes einzelnen Kettortenbodens mit Thermoelement zu messen gestattet. Diese Kontrolle ist von großer Wichtigkeit, da durch Ablagerung von Koks und Asche auf den Kettortenböden, die im Laufe einer Reihe von Chargen regelmäßig eintritt, eine Gefahr für den Boden durch Verzunderung entsteht. Bei Feststellung zu hoher Bodentemperatur (mehr als 500°) muß die betr. Kettorte stillgelegt und gereinigt werden. Diese Reinigung erfordert im allgemeinen 2 - 3 Tage Auskühlzeit und 5 Tage Reinigungszeit, da die Koks- und Ascheschichten außerordentlich fest haften (anbrennen) und zentimeterweise mit dem Kettel abgeklopft werden müssen.

Der Destillationardustand der Kettorte beträgt rund 22 - 23 t Pech vom Erweichungspunkt 60 - 75 nach Ardmer - Sarnow, bei Destillation auf Weichpech rund 27 - 28 t Klebstoffe vom Erweichungspunkt 40 - 45°. Zwecks möglichst vollständiger Gewinnung der Benzolwaschölfaktion, die im großen Ausmaße von den Teeröllieferungen für die Benzolwäsche gebraucht und verlangt wird, werden die Kettorten im allgemeinen bis auf Weichpech abdestilliert. Dieses wird entweder direkt in isolierten Kesselwagen oder in Trommeln verkauft oder durch Zugabe entsprechender Linstellöle auf Straßenteer, Stahlwerksteer, Bunasteer, Katalsteer, präp. Teer usw. eingestellt. Hierzu ist jedoch noch zu bemerken, daß die Type-Vorschrift für Straßenteer einen gewissen Gehalt an Benzolwaschöl verlangt. Die Linstellung dieser Teere geschieht in sogenannten Straßenteerkesseln 174 und 177, die rund 85 bzw. 87 cbm Füllraum besitzen. Die Straßenteerkessel liegen von den Pechständern ca. 400 mtr. weit ab, so daß im Winter die Gefahr besteht (und auch schon eingetreten ist), daß das Weichpech in der zwar isolierten, aber nicht beheizten Leitung erstarrt und die Leitung sich zusetzt. Die erforderliche Arbeit des Abnehmens und Ausbrennens der Leitung bzw. Auftauen mit Dampf ist außergewöhnlich außerordentlich unangenehm und zeitraubend. Von den Straßenteerkesseln wird der betreffende dort eingestellte Teer, nach doppelter Kontrolle durch das Laboratorium mit Druckluft in Kesselwagen gefüllt oder zur Abfüllung in Fässer in die hierfür besonders aufgestellten Abfüllbehälter auf Hof II gedrückt. Weichpech wird teilweise direkt in isolierte Kesselwagen gefüllt und verkauft oder aber über eine isolierte Vorlage in Trommeln zum Verkauf abgefüllt. Pech vom Erweichungspunkt 60 - 75° wird über die gleiche Gießvorlage in Gießformen gegossen und nach dem Erkalten als sogenannter Blockpech ausgeschlagen und lose in Waggons oder Autos verladen. Es besteht auch die Möglichkeit, Pech in im Freien stehende Kühlpfannen zu drücken, nach dem Auskühlen herauszuheben und lose auf Autos zu verladen (Bahnenschluss hier nicht vorhanden). Für Zeiten schlechten Pechabsatzes dienen gemauerte Pechgruben zum Stapeln und Auskühlen größerer Pechmengen.

Iurt von dem einen zum anderen zu wechseln.

## c) Baumaterial.

Die Apparaturen sind alle aus Schmiedeweisen gefertigt, die Reinkarboblese hinter dem Dephlegmator aus Nickel.

-Bl.2-

SECRET

SECRET

### Abu'l-Harrāfī

## Teerdestillation und Chemische Fabrik Erkner.

## Karbolfabrik.

## I. Allgemeines über die Harbolfabrik.

### a) Kapazität

a) Kapazität. Die Kapazität des herbolsheimer Betriebes beträgt augenblicklich durch Inbetriebhalten des kleinen Kalkofens (Durchsatz an Kalksteinen 13 t/st) 200 moto Rohsäure. Für den normalen Betrieb steht ein großer Kalkofen mit 45 t/st Kalkstein durchsatz zur Verfügung - zurzeit nicht betriebsfähig - , bei dessen Inbetriebhaltung die effektive Kapazität der Anlage 700 - 800 moto Rohsäureerzeugung beträgt. Die Anlage selbst ist für 800 - 1000 t Rohsäure und Aufspaltung in Verkaufsprodukte geplant. In der Anlage sind daher augenblicklich noch freie Kapazitäten vorhanden. Außerdem wird durch schwankende Versorgung mit Energie nicht immer in allen Teilen die Kapazität restlos ausgenutzt.

b) Energiedarf.

Der Energiebedarf des Betriebes kann nicht genau angegeben werden, da keine Meßinstrumente vorhanden sind.  
Empirisch ermittelt wurden:

## pro 1 t Kohäsäureerzeugung und Verarbeitung

2 atm Dampf	8,6 t
19 " "	8,6 t
kwh	11,7

### a) Arbeitkräfte.

Bedienungspersonal des Betriebes sind:

- 1 Betriebsleiter Chemiker
- 1 Betriebskunstmeister
- 3 Vorarbeiter
- 35 Betriebsarbeiter (incl. Ersatz)
- 3 Laboranten
- 1 Betriebsschlosser

Die technische Überwachung (Reparatur etc.) des Betriebes erfolgt durch die technische Abteilung, die außer dem Karbolbetrieb auch den Teerbetrieb, Benzolbetrieb und die Energieversorgungsbetriebe überwacht.

#### a) Hilfsstoffe der Kohleburgserzeugung.

An Hilfsstoffen werden für 1 t Rohstoffsverzehrung effektiv benötigt unter Berücksichtigung der augenblicklichen Kapazität:

Kalksteine von Rüdersdorf	1,600 t
Koks Brech III	0,160 t
Natronlaugen	0,120 t
Schwefelsäure	0,016 t

### a) Bewertung der Produkte

**Bearbeitung der Produkte.**  
Alle Produkte des Karbolbetriebes werden mittels 2stu Druckluft von den einen zum anderen Betriebsteil gedrückt.

### 3) Baumaterial

Die Apparaturen sind alle aus Schmiedeweisen gefertigt, die Reinkarbolbliese hinter dem Dephlegmator aus Nickel.

-81-2-

SECRET

-Bl.2-

SECRET

a) Rohstoffe

Samtliche Literaturangaben über die Rohkarbolsäure-Verarbeitung beziehen sich auf die Verarbeitung von Steinkohlenteer. Heute stehen der Teerchemie Erkner nur Kischteere (Steinkohlenteer- und Braunkohlenteer) und Phenolatläugen, die bei der Braunkohlenverarbeitung durch Waschen der Abwasser anfallen, zur Verfügung. Die Ausbeuten an Verkaufsprodukten sind daher grundsätzlich andere. Sämtliche Produkte sind durch typischen Braunkohlengeruch gekennzeichnet und zeigen hierdurch ihren Ursprung an.

b) Ausbeuten

Bei Verarbeitung der unter g) aufgezeigten Rohstoffe ist die erzeugte Rohsäure betrieblich aufzuspalten:

Phenol DAB VI	30,4 %
ortho-Kresol DAB VI	2,4 %
Kresol DAB IV (Gemisch der Isomeren)	33,0 %
Amerikakresol	3,0 %
Phenolglycol	29,0 %
Verluste	1,4 %
	100,0 %

Unter Kresol DAB VI sind auch Kresole DAB VI enthalten. Da in der Rohsäure aus Braunkohlen nur geringe Mengen m-Kresol enthalten sind, sind nur geringe Ausbeuten zu erwarten. Die Laboratoriums-Untersuchungen über diese Frage sind noch nicht abgeschlossen, daher kann augenblicklich diese Frage noch nicht erschöpfend beantwortet werden.

II. Rohstoffe

Die Rohstoffe des Karbolsäurebetriebes sind:

a) die Karbol- und Kresolölmengen

die aus dem im Teerbetrieb aufgespaltenen Rohteer, Mittelöl und Leichtöl anfallen.

Die physikalische Charakteristik der Karbol- und Kresolöle ist:

Karbolöl:	W. bei 20°	0,964
	Rohsäuregehalt	21 %
	Besengehalt	2,5 %

Mediaverlauf:						
160	180	190	200	210	220	230°
8	5,4	42	65	78	90	95 %

Kresolöl:	W. bei 20°	0,997
	Rohsäuregehalt:	32 %
	Besengehalt	3,2 %

Mediaverlauf:						
175	180	190	200	210	220	230°
8	25	39	71	80	85	90 95 %

-Bl.3-

SECRET

**SECRET**

-Bl. 3-

**b) die zu gekauften Rohphenollaugen**

vom Elektrochemischen Kombinat Hirschfelde  
und aus dem Tanklager der Betag in Spandau.

Jro Monat werden ca. 200 t Lauge von Hirschfelde  
und ca. 100 t von der Betag

angefahren.

Die Zusammensetzung der Rohsäure dieser Laugen ist im Durchschnitt folgende:

	Hirschfelde	Betag
Phenol	29,5	30,8 %
Kresol }	59,2	39,2 %
Xylenol }	9,9	24,6 %
Rückstand	1,4	1,4 %
Verlust		
	100,0 %	100,0 %

**a) Neutralöl.**

welches von der Destillation des ausgelaugten und entbasteten Karbolöles anfällt.

Die physikalischen Daten dieses Öles sind:

W. bei 20°	0,954
Rohsäuregehalt:	2 %
Basen	0,2 %

Siedeverlauf:

140	150	160	170	180	190	200	208	217°
B	5	9	21	42	66	82	90	95 %

**III. Verfahren.**

Das Verfahren, nach dem die unter I aufgeführten Rohstoffe in dem Karbolsäurebetrieb zum Verkaufsprodukt aufgearbeitet werden, ist folgendes:

**a) Auslaugerei.**

Prinzip: Das Karbol- und Kresolöl wird mit kaustifizierter Lauge zusammengegeben. Die Phenole und Kresole des Öles, "Rohsäure" genannt, reagieren mit dem Alkali und geben Phenolatlauge, "Dinnlauge" genannt. Die verbleibenden Öle werden nach dem Benzolbetrieb gegeben und dort weiter aufgespaltet.

Das Neutralöl wird in einer besonderen Auslaugearratur verarbeitet. Die anfallenden Phenolatlaugen werden zur Kaustlauge zurückgegeben. Das resultierende ausgelaugte Neutralöl geht zum Benzolbetrieb zur Weiterverarbeitung.

Die Apparatur der Auslaugerei besteht aus 3 Auslaugepfannen mit den Maßen: 2 m breit, 9,6 m lang, und 0,9 m hoch.

Die Kaustlauge mit einem etwa 8%-igen NaOH-Gehalt wird aus dem Vorratsbehälter (3 Behälter à 32 cbm, 1 Kessel à 25 cbm) gegossen, ebenso das auszulaugende Öl (Vorratsbehälter: 1 Tank à 1100 cbm, 1 Kessel 35 cbm)

Der Betriebsarbeiter stellt Öl und Lauge in dem Verhältnis ein, so daß das gesamte Alkali der Kaustlauge abgebunden wird und sich

-Bl. 4-

**SECRET**

-Bl. 4 -

Ausgelaugten Öl noch ca. 4 % Rohsäure befinden. An Greve-Mengen-  
bassern werden die Öl- und Laugemengen angezeigt. Pro Stunde werden  
ca. 9000 Liter Lauge und 300 Liter Öl verarbeitet.

Das Lauge-Öl-Gemisch gelangt in einen kleinen Mischkessel, wird von  
dort mittels Zentrifugalkpumpe abgepumpt, wobei gleichzeitig Öl und  
Lauge kräftig durchgemischt werden und auf die Auslaugepfannen beför-  
dert. Diese Pfannen stellen Absetzbehälter dar. Das Öl entmischt sich,  
schwimmt wegen seines spezifischen Gewichts oben, wird abgeschöpft  
und läuft dem Stapekessel Öl zu, (Kessel 34 cbm). Die Phenolatlauge  
mit ca. 15 % Rohsäuregehalt läuft wegen ihres hohen spezifischen Ge-  
wichtes aus den Absetzpfannen unten aus nach den hierfür vorgesehenen  
Lagerkesseln (Kessel 30 cbm). Diese Lauge kommt in der Verdampfungs-  
anlage zur Weiterverarbeitung.

Bei der Auslaugerei entstehend pro Stunde ca. 10 000 Liter Phenolat-  
lauge und 2000 Liter ausgelaugtes Öl.

Die Neutralöl-Laugerei wird in 2 Kessel à 11 cbm durch Jawilzen mittels  
Kreiselpumpe betrieben. Die Kessel werden mit je 10 000 Liter Öl und  
8000 Liter Kaustlauge gefüllt. Durch Probennahme wird geprüft, wann  
das Öl restlos ausgelaugt worden ist. Das fertige ausgelaugte Neutralöl  
wird zur Weiterverarbeitung nach dem Benzolbetrieb befördert.

Die angefallene Lauge enthält noch ungebundenes Alkali und wird daher  
mit frischer Kaustlauge zusammen über Karbol- und Resolöl gegeben.  
Durch Teerteilchen im Öl und Kalkschlamm-Partikelchen in der Kaustlauge  
scheidet sich in den Auslaugepfannen nach einer Betriebszeit von etwa  
4 bis 6 Monaten ein Schleim ab, der in entsprechenden Perioden entfernt  
werden muß. Die Reinigung der Anlage dauert dann ca. 2 Tage. Der  
Schleim wird ausgenutzt ausgekocht, um Glanteile zu gewinnen und gelangt  
dann zur Halde.

Arbeitskräfte:

■ 1 Mann pro Schicht

Arbeitszeit:

1 Schicht

Analytische Überwachung

siehe IV.

#### b) Verdampfanlage.

Prinzip: Die Phenolatlauge aus der Auslaugerei, als "Dünnsaige"  
bezeichnet, wird in der Verdampfanlage eingedickt. Etwa 15 % der  
Lauge werden abgedampft. Bei diesem Vorgang werden mitgerissene  
Ölteilchen ausgedampft, und es verbleibt eine Lauge, "Dicklauge"  
genannt, welche in Natronsaure klarlösliche Rohsäure enthält.

Die Apparatur ist eine Vierkörpervacuum-Verdampfanlage der Firma  
Wagelin & Libbner, Zürich. Betrieben wird die Anlage mit 2 std Dampf.  
Die effektive Leistung beträgt 18 bis 20 cbm Dünnsaige-Einsatz pro Stunde.  
Der praktische Durchsatz beträgt aber nur ca. 8 bis 10 cbm Dünnsaige-  
einsatz pro Stunde werden 6 bis 8 cbm Dicklauge und ca. 2 cbm ab-  
gedampftes Wasser, "Brüdenwasser" erhalten.

Die resultierende Dicklauge enthält ca. 18 % Rohsäure und ca. 9,5 %  
Alkali.

Diese Lauge gelangt dann in der Saturation zur Weiterverarbeitung.  
Das entfallende Brüdenwasser wird nach der Entphenolungsanlage gegeben  
und dort entphenolnt.

Die in die Verdampfkörper gefahrene Dünnsaige wird in Wärmeaustauschern  
durch die Wärme der ablaufenden Brüdenwasser vorgewärmt.

Die Verdampfkörper verkrusten nach einer Betriebszeit von etwa 4 Monaten  
so stark, dass, um den Wärmeeffekt wirtschaftlich zu erhalten,  
der Wasser- und Kesselsteinensatz entfernt werden muss. Dies geschieht  
mit dem Präzessrat Antikalzit, welches den Kesselstein löst, aber das  
Metall selbst nicht korrodiert.

- Bl. 5 -

**SECRET**

- Bl. 5 -

Im Laboratorium wird durch Bestimmung des spezifischen Gewichts der ordnungsgemäße Ablauf des Betriebes überwacht.

Zugekauft Phenolatlaugen, deren Rohstöuren klarlöslich sind, werden vor der Verdampfung eingeschleust, wie z.B. die Laugen von Kirschfelde und Spandau.

An Behältern stehen zur Verfügung:

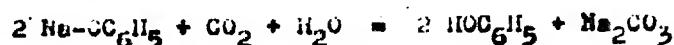
2 Tonnen à 200 cbm für Dünnlauge  
 2 Kessel für Dicklauge, à 65 cbm  
 " " Brüdenwasser, 20 cbm

Arbeitskräfte: 2 Mann, pro Schicht = 1 Mann.

Arbeitszeit: 2 Schichten.

a) Saturatoren

Prinzip: Die Dicklauge wird in Kohlensäure aus dem Kalkofen behandelt. Der Prozeß verläuft nach folgender Gleichung:



Damit keine Bikarbonatbildung eintritt, muß der Vorgang bei einer Temperatur von 65 bis 80° C stattfinden.

Die Apparatur besteht aus 4 Saturatoren à 28 cbm Füllung und 2 Saturatoren à 15 cbm Füllung.

Die Anordnung der Kohlensäureleitung ist so ausgeführt, daß je ein Saturator zu 15 und 2 zu 28 cbm zusammen gefahren werden können. Ist das eine Saturationsanlage in Betrieb, wird das zweite entleert und neu gefüllt (Wechselbetrieb).

Die Leitungsführung der Kohlensäureleitung selbst ist so ausgeführt, daß die einzelnen Apparate hintereinander oder nebeneinander gefahren werden können. Folgendes Schema zeigt die Schaltung und Fahrweise:

Saturator 1, 2 und 3 fahren hintereinander:

Saturator 1 ausgeschaltet, 2 und 3 fahren hintereinander

- Bl. 6 -

**SECRET**

-Bl. 5 -

**SECRET**

Saturateur 1 ausgeschaltet, Saturateur 3 fährt als erster, 2 als zweiter:

Saturateur 2 ausgeschaltet, Saturateur 1 und 3 fahren hintereinander:

Saturateur 1 ausgeschaltet, Saturateur 2 und 3 fahren nebeneinander:

Die Fahrzeit für eine Arbeitsperiode eines Systems beträgt ca. 20 bis 24 Stunden.  
An Sodalaage werden 44 cbm erhalten, an wässriger Rohsäure ca. 12 cbm.  
Die Sodalaage enthält im Durchschnitt ca. 9 bis 10 %  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ .  
Die Rohsäure selbst enthält ca. 22 bis 24 % Wasser.  
Im Laboratorium wird der Saturationsprozeß überwacht. Von den Apparaten werden Proben untersucht und festgestellt, wie weit die Spaltung der Dicklaage in Rohsäure und Sodalaage fortgeschritten ist. Derjenige Saturateur, der am weitesten gespalten ist, wird als erster gefahren, damit er die meiste Kohlensäure erhält. Um dies erreichen zu können, ist die im Schema erläuterte Schaltung gebaut worden.

Nachdem die Spaltung der Dicklaage beendet ist, wird die Anlage ruhen gelassen, damit sich die Sodalaage und Rohsäure entmischen und getrennt abgezogen werden können.

Für Sodalaage stehen 2 Behälter à 50 cbm,  
" Rohphenol 4 Behälter à 20 cbm zur Verfügung.

Die ausgefallte Rohsäure enthält noch Spuren Natrium-Phenolat. Da dieses auf Schmiedeeisen bei höherer Temperatur stark korrodierend wirkt, muß es noch entfernt werden. Hierzu wird die Rohsäure mit 10 % Frischwasser verdunnt, auf den Saturateur 1 gefüllt und nochmals mit Kohlensäure behandelt. Diese so "Mach-gefahrene" Rohsäure gelangt zur Schwefelsäurewäsche und wird dort

-Bl. 9 -

**SECRET**

**SECRET**

25X1A

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7

- Bl.7 -

mit Schwefelsäure 66° Bé kongosauer gewaschen.  
Die Waschapparatur besteht aus 2 ausgeleiteten Behältern von 15 cbm Fassungsvermögen, die mit einer Lufrührspülung ausgerüstet sind.

Die bei der Wasche anfallende Natriumsulfatlauge wird zum Brüdenwasser gegeben.

Die gewaschene Rohsäure wird mit einer 10%igen Sodalaugewaschen und in die Rohsäurestapelfäße abgeleitet. 4 Gefäße à 50 cbm stehen hierzu zur Verfügung. In diesen Behältern soll die Rohsäure mindestens 48 Stunden stehen bleiben, ehe sie weiterverarbeitet werden kann, damit sich die mitgerissenen Wassermengen restlos absetzen. Die Stapelfäße sind mit einem langen und einem kurzen Saugrohr ausgerüstet, um die Rohsäure herauszunehmen. Mit dem kurzen Saugrohr wird gearbeitet, damit nur Säure und kein Wasser herausgezogen wird. Hat sich Wasser im Laufe der Zeit angesammelt, wird es durch das lange Saugrohr herausgenommen und zum Brüdenwasser gegeben.

Aus den Stapelfäßen gelangt die abgeruhzte Rohsäure mit einem Wasser-gehalt von ca. 15 % in die Entwasserungsblase, wird dort im Vacuum mittels 2 atm Dampf entwässert. Die bei der Destillation anfallenden Wasser (2 Vorlagen à 20 cbm) werden zur Dinnlauge gegeben. Die entwässerte Rohsäure wird in den Stapeltank der Rohkohledestillation - 240 cbm - befördert und steht dort zur Weiterauspaltung bereit.

Das aus den Saturatoren entweichende Gas enthält noch ca. 6-8 % Kohlensäure (mittels Urnatepparät bestimmt) und mitgerissene Rohsäure. Es wird daher in einem Kolonnenturm im Gegenstrom mit gekühlter Dicklauge behandelt. Hierdurch werden die Restmengen  $\text{CO}_2$  gebunden und die Gase abgekühlt. Das nunmehr ablassende Endgas enthält ca. 1 % Kohlensäure, ist praktisch rohsäurefrei und auf Außentemperatur abgekühlt.

Die zur Berieselung des Kolonnenturmes eingesetzte Dicklauge wird bei der Berieselung angefüllt und wird dann in den Saturatoren fertig gefahren.

Die Untersuchung des Endgases wird Gasanalysen im Laboratorium überwacht.

Von Zeit zu Zeit müssen die Behälter der Anlage durch eine Reinigung von mitgerissenen Teer- und Schlammteilchen befreit werden.

Arbeitskräfte: 2 Mann = pro Schicht 1 Mann

Arbeitszeit: durchgehend

In der Nacht wird die Anlage von dem aufsichtsführenden Vorarbeiter mit beobachtet.

#### a) Kalkofen.

Prinzip: Kalksteine werden mit Koks im Schachtofen gebrannt nach der Gleichung:



Es steht dem Betrieb ein Schachtofen der Firma Eberhardt, Wolfenbüttel, mit einem Tagesdurchsatz von 15 t Kalksteinen zur Verfügung. Ein zweiter Ofen mit 45 tato Kalksteinen kann zurzeit nicht betrieben werden. Die Betriebsseinrichtungen des Kalkofens sind vollautomatisch und werden durch eine Relaischalteinrichtung der Firma Siemens-Schuckert gesteuert.

Die Rohkalksteine werden aus dem Kalksteinbruch Rüdersdorf angeliefert. Der Stein selbst besitzt einen  $\text{CaCO}_3$ -Gehalt von 93 bis 95 %. Das Verhältnis Kalkstein zu Koks beträgt 10 : 1. Der Zug am Ofen wird mittels Borsig-Kompressor bewirkt. Eine Reservemaschine ist vorhanden. Die Saugleistung dieses Kompressors beträgt 12000 cbm in der Stunde. Bei dieser Saugleistung stellt sich der Zug am Ofen auf 120-150 mm Wassersäule.

- Bl. 8 -

**SECRET**

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7

- Bl.8 -

**SECRET**

Die abgesaugte Kohlensäure durchläuft folgende Reinigungsfilter:

1. Cyklon-Subreinigung
2. Berieselungsturm - gefüllt mit Kalksteinen und Berieselung durch Wasser -
3. Naßwäsche mittels Nekallösung.

Nach dieser Reinigung gelangt das Gas in den Kompressor. Von dem Kompressor wird das Gas in ein Zwischengefäß gedrückt und strömt von da aus in die Saturierung. Der Gasdruck im Kohlensäurenetz beträgt  $3\frac{1}{4}$  Atm.

Die Gasanalyse des  $\text{CO}_2$  Gas ist im Durchschnitt folgende:

$\text{CO}_2$	32 %
$\text{CO}$	1 %
$\text{O}_2$	0,5 %
$\text{N}_2$	Rest.

Die Brenntemperatur im Ofen liegt zwischen 900 und  $1200^{\circ}\text{C}$ .

Der anfallende gebraunte Kalk wird mittels verdünnter Soda-Lauge (Gefäß 50 cm³), die in der Saturierung von der Nachbehandlung der Kohlensäure erhalten wird, gelöscht. Aus dem Ofen wird der gebräunte Kalk unten abgezogen, mittels Schüttelrutsche in eine Lüschtronne befördert und durch Zugabe von verdünnter Soda-Lauge gelöscht. Die Lüschtronne selbst hat eine Länge von 7 m. Bei diesem Vorgang wird der gebräunte Kalk restlos in Kalkmilch übergeführt, die aus dem Trommelmund herausläuft und durch ein Rosta-Sieb roh vorgereinigt wird. Diese Milch passiert einen Durr-Klassierer, worin die Gangart herausklassiert wird. Nach dieser Aufbereitung gelangt die Kalkmilch in die 2 Stufengefäß 8 15 m³ und von da aus zur Kaustifizierung.

Die abfallende Gangart wird zur Balde gegeben.

Der Lösungsvorgang des gebräunten Kalkes wird mit verdünnter Soda-Lauge durchgeführt, damit die Kalkmilch nicht zu wasserhaltig wird, denn diese Wassermengen müssen im Arbeitsprozeß später in der Verdampfung wieder herausgedampft werden, was unnötigen Dampfaufwand kostet.

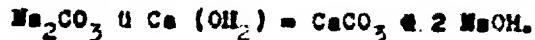
Der Bedarf an Kalksteinen und Koks pro 100 kg Rohgasförderung beträgt 160 kg  $\text{CaCO}_3$  und 16 kg Koks. Die Ausbringung an  $\text{CaO}$  beträgt 52 %, auf Kalksteineneinsatz bezogen.

Arbeitskräfte: Lüschtronne 3 Mann, je Schicht 1 Mann,  
Steine fahren 9 " " " 3 "

Arbeitszeit: 5 Schichten.

### a) Kaustifizierung

Die Soda-Lauge aus der Saturierung wird mit der Kalkmilch aus dem Kalkofenbetrieb aufgrund der im Laboratorium festgestellten Analyse in entsprechendem Verhältnis zusammengegeben und kaustifiziert. Der Prozeß verläuft:



Der Kaustifizierungsverlauf verläuft zu 95 %. Um eine solche hohe Umsetzung zu erreichen, wird mit einem Kalkmilchüberschuss von 5 % gearbeitet.

-Bl. 9 -

**SECRET**

- Bl. 9 -

Der Auskonzentrierung stehen zur Umsetzung der Sodaalauge mit Kalkmilch 3 Kocher à 40 cbm und 1 mit 40 cbm Füllungsvermögen zur Verfügung. Die Durchmischung der Reaktionskomponenten geschieht mittels eines Rahmenrührwerkes. Die anfallende Kalkmilch und Sodaalauge wird im Laboratorium auf ihren Gehalt untersucht und aus diesen Resultaten unter Berücksichtigung eines 5%-igen Kalküberschusses das Mischungsverhältnis für den zu kochenden Kaust -ermittelt. Nach diesen im Laboratorium gemachten Angaben wird im Betriebe der Kaust gefüllt. Durch indirekten und direkten Dampf von 2 ati wird die Kaustfüllung auf 100°C unter stetem Röhren aufgekocht; Kochdauer ca. 2 Stunden. Hat das Reaktionsgemisch 100°C erreicht, wird das Rührwerk abgehalten und die Füllung mindestens 6 Stunden abruhen gelassen, damit der ausgefallene Kalkschlamm niederschlägt absitzen kann. Durch einen seitlichen Ablauf wird die aufstehende klare Lauge ablaufen gelassen und in einem Kessel gestapelt. (2 Kessel je 50 cbm stehen zur Verfügung). Die im Kocher verbleibende Kalkschlamm-Menge wird durch das Bodenventil abgezogen und mittels Vacuum-Drehfilter filtriert. Von jedem Kaust, der mit 40 000 Liter resp. 30 000 Liter Sodaalauge und Kalkmilch gefüllt wurde, je nach Konzentration der einzelnen Komponenten, werden ca. 14 000 Liter klare Kaustlauge mit einem NaOH-Gehalt von ca. 9 % abgezogen. Der Rest - ca. 26 000 Liter muß über die Filter genommen werden. Die Filtrationszeit eines Kaustes ist unterschiedlich, je nach der Filterfähigkeit des Schlammes. Im Durchschnitt dauert die Filtration eines Kaustes etwa 5 bis 6 Stunden. Der Filtrationsvorgang wird in zwei Stufen, einer Vorfiltration und einer Nachfiltration durchgeführt.

Vorfiltration: Der Kalkschlamm wird aus dem Kaust in die Filterwanne der beiden Vorfilter abgelassen. Die beiden Vorfilter sind Vacuum-Zellenfilter der Firma R. Wolff, Buckau. Die Filterfläche beträgt 9,75 qm und 6,50 qm. Das Vacuum an der Apparatur liegt zwischen 250 und 300 mm Torr. Die Filter sind mit einem Getriebe ausgerüstet, und können mit frei Geschwindigkeiten gefahren werden je nach der Filtertischanfähigkeit des angefallenen Kalkschlamms. Der gefilterte Schlamm wird abgeschnitten, fällt in ein Röhren, wird mit Wasser angefeuchtet, durch direkten Dampf ausgekocht und mittels Kreiselpumpe in die Filterwanne der Filter von der 2. Stufe gefördert. Für die zweite Filtration

Nachfiltration: stehen 3 Vacuumzellenfilter der Firma R. Wolff, Buckau, mit 9,75 qm, 6,5 qm und 3,0 qm Oberfläche zur Verfügung. Die technische Ausrüstung dieser Filter ist die gleiche wie die der Vorfiltration. Die Filter der Nachfiltration besitzen noch eine Berieselungsanlage (Schlick'sche Düsen) zur Nachwaschung des Schlammes mit Wasser. Der bei der Nachfiltration abgeschnittene Kalkschlamm fällt in eine Transportschnecke von 19 m Länge und wird durch diese auf bereitstehende Anhänger befördert und zur Halde gebracht.

Ausbeute pro Kaust an Kalkschlamm im Durchschnitt 14-15 cbm. Der Abfallkalkschlamm ist  $\text{CaCO}_3$  mit 40 bis 45 % Zerserengehalt und ca. 3-5 % NaOH. Diese im Kalkschlamm enthaltene Alkalimenge ist Verlust und muß je nach Marktlage durch angekaufte Soda oder Natronlauge ergänzt werden. pro 100 kg Kalkschlamm-Hohstüre-Krzeugung beträgt der Verlust 7 bis 10 kg NaOH. Die anfallende Kaustlauge geht zur Auslaugerei oder wird vortragsgemäß als Regeneratlauge an die Lieferanten von Phenolalutlaugen zurückgeliefert.

Da der Kalkschlamm einige sehr kleine Kontrößen besitzt, wird er beim Ablassen der Kaustlauge aus den fertigen Kausten aufgeschwemmt und gelangt mit in die Stapelgefäße. Diese Gefäße müssen daher in Zeiträumen von etwa 4 bis 6 Monaten von diesen Schlammrückständen gereinigt werden.

- Bl. 10 -

  
**SECRET**

-Bl.10 -

Arbeitskräfte: im Betrieb 4 Mann = je Schicht 1 Mann  
 (Punktbetrieb) } 4 Mann = je Schicht 2 Mann  
 nach der } 4 Mann = je Schicht 2 Mann  
 Ablage } 5 Mann = 1 Schicht 3 Mann  
 auf Ablage 5 Mann = 1 Schicht 3 Mann  
 " " 2 Mann.

Arbeitszeit: 2 Schichten.

1) Rohsäuredestillation:

Prinzip: Die angefallene Rohsäure ist ein Gemisch von Phenol, ortho- und para-Kresol und den Xylenolhomologen. Dieses Gemisch wird durch fraktionierte Destillation in Kolonnenapparaturen auf Phenol DAB VI mit einem Kp von 39/41° aufgetrennt.  
 Phenol liquefactum (9-10 % Wasserzusatz zu Phenol DAB VI)  
 Kresol DAB IV  
 Kresol DAB IV mit mindestens 30 % meta-Kresolgehalt  
 Kresol DAB VI  
 ortho-Kresol mit einem Kp von 29-31°  
 Amerikakresol (bis 215° müssen 65-75 % Destillat übergehen)  
 und Phenolpech mit einem Kp von 40-55° nach K.S.  
 aufgearbeitet.  
 Der Verkauf dieser Waren erfolgt in Fässern resp. Kesselwagen.  
 Für Phenol isolierte Kesselwagen mit 11-12 Schläuche, für Kresol  
 ohne Heizschlaufe und unisoliert.  
 An Apparaturen stehen zur Verfügung:

	Nr.	Füllungsvolumen
Blaße 1	1	22 cbm
"	2	28 "
"	3	44 "
"	4	40 "
"	5	bombenbeschädigt. 20 cbm
Reinblaße		

Die Destillation wird mittels 19 atm Dampf und im Vacuum bei 100 bis 120 mm Torr betrieben. Die Vacuumpumpen sind von der Frankfurter Maschinenbau A.G. geliefert. Da diese Pumpen sehr alt sind, (Baujahr 1910), werden sie nur mit 3/4 ihrer Leistung genutzt. Danach sollen sie 900 cbm pro Stunde leisten. Durch diese Tatsache ist bedingt, daß das Vacuum in der Apparatur nur mangelt ist.

Die Kolonnen auf den Bläsen enthalten 80 Glockenböden mit dem Durchmesser 1,50 m. Die Konstruktion der Böden sind Eigenkonstruktion Rüters. Die Böden selbst sind unterschiedlich, teils besitzen sie 43, teils 37 Glocken pro Boden. Auf jeder Kolonne befindet sich ein Dephlegmator mit einer Kühlroberfläche von 32 qm. Die Destillatdämpfe werden mittels Röhren- und Schlangenkühler niedergeschlagen. Zur Kontrolle in der Destillation durch den Destillateur befindet sich in jeder Etage und in der Destillatleitung über dem Dephlegmator ein Fernthermometer. Das Vacuum wird in der Blaße und an den Vorlagen - pro Destillationssystem 2 Vorlagen je 1000 Liter - gemessen.

In den Destillationssystemen 3 und 4 wird vorwiegend Rohsäure fraktioniert destilliert. In den Systemen 1 und 2 Mittelläufe und in der Reinblaße Apparatur, die aus Nickel besteht, die Fraktion 56 bis 59 zur Erzeugung von Reinphenol.

- Bl.11 -

  
**SECRET**

- Bl. 11 -

Die Füllzeit der Flaschen und die Chargendauer der einzelnen Arbeitstagungen sind folgende:

Blase Nr. Füllzeit Chargendauer

1	8 - 12 St.	48 - 54 Std.
2	9 - 14 "	59 - 66 "
3	11 - 15 "	79 - 85 "
4	11 - 15 "	77 - 84 "
5	bombenbeschädigt	
Rein	6 - 8 Std.	47 - 52 "

Die Destillationsgeschwindigkeit beträgt durchschnittlich ca. 500 Liter/Std.

Bei der fraktionierten Destillation werden, wie aus anliegender Tabelle ersichtlich, einzelne Fraktionen herausgeschnitten, getrennt gesammelt und wenn soviel Material zusammengekommen ist, wie die Neubefüllung einer Blase benötigt, zur Redestillation gebracht. Die Redestillation wird solange betrieben, bis die gesamte eingesetzte Rohsäure aufs Verkaufstypen ausgespalten werden ist.

In folgender Tabelle ist der Destillationsgang und die Ausbeuten der einzelnen Destillationen ersichtlich (s.Tabelle lt. Anlage).

An Stapelgefäßen stehen zur Verfügung:

Kessel, die beheizbar sind,

5 à 39 cbm

5 à 13 "

2 à 25 "

2 à 10 "

Der Destillationsablauf wird durch das Laboratorium streng überwacht. Ebenso wird hier untersucht, ob die Verkaufsprodukte den vorgeschriebenen Handelsarten entsprechen.

Arbeitskräfte: 3 Mann in der Destillation  
pro Schicht 1 Mann

Arbeitszeit: 1 " zum Abfüllen von Verkaufswaren  
3 Schichten.

a) Laboratorium

Das Laboratorium hat die Kohstoffeingänge, Betriebskontrollproben und die Warenausgänge analytisch zu überprüfen.

Arbeitskräfte: 3 Mann, je Schicht 1 Mann

Arbeitszeit: 3 Schichten.

**SECRET**

- Bl.12 -

- Bl.12 -

**SECRET**IV. Laboratoriumsanalysen.a) Betriebsüberwachung.  
1. Auslaugerei.A) Bestimmung der sauren Öl, Rohphenolgehalt.

In einen Schüttelzylinder von 250 ccm werden 100 ccm Natronlauge von der Wichte 1,15 eingefüllt. Der Lauge ist zur besseren Trennung 0,1 g Diamulgen zugesetzt. Nach kurzem Stehen wird der Zylinder abgelassen, dann werden 100 ccm des zu untersuchenden Öles nachgefüllt, liegt ein kristallisierendes Öl vor, so wird mit 50 ccm Xylol verdünnt. Nachdem 5 Minuten gründlich durchgeschüttelt ist, lässt man Lauge und Öl gut absitzen und liest die Volumenzunahme der Natronlauge ab, die für je 1 ccm 1 % Rohphenolgehalt entspricht.  
Ist das zu untersuchende Öl Wasser, so muss es von der Volumenzunahme der Lauge abgezogen werden.

B) Aufnahme der Lauge.

50 ccm Kaustlauge werden mit 50 ccm dest. Wasser und 150 ccm Benzol-Kresolgemisch 4:1 im Mischzylinder durchgeschüttelt. Volumenzunahme der wässrigen Schicht 2 % Aufnahme, Spalte 21.

2. Verdampfung.A) Bestimmung der Klarlöslichkeit.

Die Feststellung der Klarlöslichkeit geschieht durch Auflösen von 2 ccm Kresol in 20 ccm chemisch reiner Natronlauge von der Wichte 1,1. Es sind folgende Klassen festgelegt:

1. kaum merkbare Opaleszenz
2. schwache "
3. starke "
4. trüblöslich. "

Für 2 gilt als Vergleich, wenn 5 ccm einer Mischung von 1 ccm 1/100 n.-Salzsäure und 99 ccm Wasser mit 0,5 ccm 1/10 n.-Silbernitratlösung versetzt werden. Die Beobachtung ist 5 Minuten nach dem Zusatz der 1/10 n.-Silbernitratlösung gegen eine dunkle Unterlage bei auffallendem Lichte vorzunehmen.

Für 3 gilt, wenn 5 ccm einer Mischung von 2 ccm 1/100 n.-Salzsäure und 98 ccm Wasser mit 0,5 ccm 1/10 n.-Silbernitratlösung versetzt werden.

Für 4 gilt, wenn 5 ccm einer Mischung von 4 ccm 1/100 n.-Salzsäure und 96 ccm Wasser mit 0,5 ccm 1/10 n.-Silbernitratlösung versetzt werden.

Die Beobachtung erfolgt wie unter 2.

3. Saturations.A) Prüfung der Laugensaturateure.

100 ccm der Probe werden mit konzentrierter Schwefelsäure kongosauer gemacht. Das ausgeschiedene Öl-Laugegemisch wird in einen Maßzylinder mit 1/10 ccm-Einteilung gegeben und der Ölgehalt abgelesen.

Enthält die untersuchte Lauge weniger als 0,5 % Öl, so ist der Saturator ausgefahren; enthält sie mehr als 0,5 % Öl, muss weiter gefahren werden.

- Bl.13 -

**SECRET**

- Bl. 13 -

~~SECRET~~B) Prüfung des Jles auf Alkali.

100 ccm Jl werden mit 10 ccm Wasser versetzt und kräftig durchmischt. Nach Intmischen wird zu dem Wasser Methylorange gegeben und dieses mit n/1 HCl titriert. Werden weniger als 0,5 % Alkali bestimmt, ist die Nachsaturation beendet.

4.) Kaustifizierung.A) Untersuchung für die Füllung der Kauste.Untersuchung der Sodaalage.

10 ccm Sodaalage werden mit dest. Wasser verdünnt, mit Methylorange und n/1 HCl auf rot titriert (Spalte 5 und 6).

Untersuchung der Kalkmilch-Soda.

10 ccm des Kalksoda-Gemisches werden mit einer Meßpipette abgemessen, Pipette mit Filterpapier abstreifen. Den Inhalt der Pipette auf eine Schottnutsche 3 G 3 bringen, die Pipette mit dest. Wasser nachspülen. Nun wird abgesaugt und mit heißem Wasser nachgewaschen, bis das Filtrat trübt. Die erforderliche Wassermenge beträgt ca. 25 bis 30 ccm. Das Filtrat wird abgekühlt, dann mit n/1 HCl und Phenolphthalein (Spalte 7 und 8) auf farblos titriert. Verbrauchte ccm Spalte 9. Nun wird weiter unter Zugabe von 1/2 ccm Indicarmin und n/1 HCl auf rot titriert. Spalte 10.

Beispiel:

23,2 ccm n/1 HCl für die Titration m. Indicarmin Spalte 10  
22,2 " " " " " m. Phenolphthalein Spalte 9

1,0 ccm Differenz.

Soda

Diff. x 2 = ccm Soda = Spalte 11  
 ccm Soda x 0,53 = %  $Na_2CO_3$  Spalte 12

KaustlungenGesamtalkali:

10 ccm Kaustlungen werden mit n/1 HCl und Methyl rot als Indikator titriert. Spalten 16 + 17.

Freies Alkali:

10 ccm Kaustlungen werden mit 20 ccm einer 10%-igen Bariumchloridlösung und 200 ccm Wasser (dest.) durchgeschüttelt und mit Phenolphthalein titriert.

Verbrauchte ccm x 0,4 = freies Alkali, Spalte 18 + 19

Umsetzung:

Verbrauchte ccm von Spalte 18 : ccm von Spalte 16.

Aufnahme:

50 ccm Kaustlungen, 50 ccm dest. Wasser und 150 ccm Benzol-Kresol-Gemisch 4 : 1 werden im Mischzylinder durchgeschüttelt. Volumenzunahme der wässrigen Schicht. 2 = % Aufnahme. Spalte 21.

Kalkschlamm CaO

10 ccm Kalkschlamm werden mit der Meßpipette abgemessen, auf eine Gleanutsche 3 G 3 scharf abgesaugt, mit 30 ccm heißem Wasser nachgewaschen. Der Filterrückstand wird in einen Kolben überführt und mit n/1 HCl und Phenolphthalein titriert.

Verbrauchte ccm x 0,28 = % CaO. Spalte 22 + 23.

- Bl. 14 -

SECRET

- Bl. 14 -

25X1A

Abfallkalk:

50 g Abfallkalk werden mit 200 ccm heißem Wasser in einem 500er Stohmann-Kolben gespült, 10 Minuten im Schüttelapparat durchgeschüttelt. Nach dem Erkalten auf 500 ccm aufgefüllt, durchgeschüttelt und filtriert. 100 ccm Filtrat werden mit n/1 HCl und Methylorange titriert, verbrauchte ccm x 0,4 = % Alkali. Spalte 23 - 26.

(Beispiel: Siehe Anlage /Seite 14 a)

5. Destillation:

A) Bestimmung des Erstarrungspunktes von Phenol und ortho-Kr-sol:

Für Betriebsanalysen wird der Erstarrungspunkt im Reagenzglas ausgeführt.

100 ccm werden in einem 150 ccm fassenden Fraktionskolben, in welchen ein Thermometer von C-360° DINform eingeführt wird, solange vorsichtig erhitzt, bis das Thermometer 170° zeigt; dann wird die Mitte Flamme fortgenommen, nach 2 Minuten nochmals bis 170° erhitzt und dies Maßnahme nach weiteren 2 Minuten noch ein drittes Mal wiederholt. Dann schließt man an das seitliche Ansatzrohr des Kolbens ein Schlägorgalciumrohr an und läßt das Kolbchen auf eine Temperatur, welche 3-4° oberhalb des Erstarrungspunktes liegt, abkühlen, füllt dann in ein völlig trockenes Reagenzrohr; bringt mit dem Thermometer zwecks Impfung einen kleinen Phenolkristall in die Flüssigkeit, röhrt unter vorsichtigem Abkühlen, bis der Erstarrungspunkt eintritt; sobald sich das Thermometer etwa 1 Minute lang konstant hält, liest man ab.

B) Einstellen von Thermometer mit Anilin zur Anfertigung der Siedeanalysen:

100 ccm Anilin chem. rein (Kahlbaum) werden aus einem 150 ccm fassenden Destillationskolben destilliert. Sind ca. 50 % destillat übergegangen, so wird das Thermometer auf 184,4° C eingestellt. Mit dem so eingestellten Thermometer werden die Siedepunkte von Cresol durchgeführt.

Anilin und seine Dämpfe sind giftig! Achtung!

c) Bestimmung der Cresole:

Von den laufenden Kreiszielen Destillationen werden Proben untersucht nach ihrer Siedeanalyse.

Bei Siedeknick von 194° wird auf verkrautfertigen Kr-sol DAB 4 umgestellt.

b) Untersuchung der Ausgangsprodukte:

1. Phenol:

A) Phenol DAB 6 (Kristallkarbolsäure MP 39-41°, acidum carbolicum):

Farblose, dünne, zugesetzte Kristalle oder weiße, strahlig kristallische Masse. Phenol riecht eigenartig; an der Luft färbt es sich schwach rosa; es löst sich in 15 Teilen Wasser und ist leicht löslich in Weingeist, Äther, Chloroform, Glyzerin, Schwefelkohlenstoff, fetten Ölen und in Natronlauge.

Erstarrungspunkt 39 - 41°; Siedepunkt 178 - 182°. In einer Lösung von 2 g Phenol in 1 ccm Weingeist rufen 2 Tropfen Eisenchloridlösung eine schwach grüne Färbung hervor, die beim Verdünnen mit 100 ccm Wasser in eine violette, ziemlich beständige Färbung übergeht. Werden 20 ccm einer wässrigen Phenollösung, die 0,1 g

- Bl.15 -

SECRET

**SECRET**

in 1 Liter, enthält, tropfenweise mit Bromwasser bis zur bleibenden Gelbfärbung versetzt, so entsteht eine milchige Trübung; allmählich tritt Klarung unter Abscheidung eines schwach gelblich gefärbten Niederschlages ein.

Die wässrige Lösung (1 + 15) muß klar sein (Kresole); sie darf Lackmuspipier nur schwach röten.

0,2 g Phenol dürfen beim Erhitzen auf dem Wasserbade keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

B) Phenolum liquefactum DAB 6 (verflüssigtes Phenol), verflüssigte Karbolsäure, Acidum carabolicum liquefactum.

Phenol 10 Teile

Wasser 1 Teile.

Das Phenol wird bei gelinder Wärme geschmolzen und dann mit dem Wasser gemischt.

Klare, farblose oder schwach rötliche Flüssigkeit.

Dichte 1,063 bis 1,066.  
10 ccm verflüssigtes Phenol dürfen bei 20° nach Zusatz von 2,5 ccm Wasser nicht getrübt werden, müssen aber nach weiterem Zusatz von 0,5 ccm Wasser eine Trübung zeigen. Diese trübe Mischung muß nach Zusatz von 115 ccm Wasser eine Lösung geben, die höchstens opalierend getrübt sein darf.

2.1) Kresole.

- A) Rohkresol DAB 4 M II (mit mind. 30 % Metakresolgehalt).
- B) Rohkresol DAB 4 M II (mit mind. 35-36 % Metakresolgehalt).
- C) Kresol DAB 4 B I (mit mind. 28 % Metakresolgehalt).
- D) Rohkresol DAB 4 B II (mit mind. 40 % Metakresolgehalt).
- E) Rohkresol DAB 6 (mit mind. 50 % Metakresolgehalt).

Diese Kresole haben den Anforderungen des Deutschen Arzneibuches 4 zu entsprechen und werden nach dessen Vorschriften untersucht.

Klare, gelbliche oder gelblichbraune, beim Aufbewahren dunkler werdende, brennlich riechende Flüssigkeit, die in viel Wasser bis auf wenige Flocken, in Weingeist oder Äther völlig löslich ist.

Wasserzusatz:  
100 ccm Kresol werden in einem 150 ccm Fraktionierkolben gefüllt und dreimal auf 180° erhitzt. Die Pause zwischen den einzelnen Erhitzungen soll 5 Minuten betragen. Als Vorlage dient ein Maßzylinder mit 1/10 ccm-Einteilung, der das Wasser und Kresoldestillat aufnimmt. Nach dreimaligem Erhitzen gibt man Kochsalz in den Maßzylinder, so daß eine etwa 20 %-ige NaCl-Lösung entsteht, schüttelt gut durch und läßt absetzen.  
Der Wassergehalt ist alsdann unmittelbar im Prozent abzulesen.

Nichtige:

Das spezifische Gewicht wird mittels Mohr'scher Waage durchgeführt. Es liegt bei 20° bei 1,053.

**SECRET**

**SECRET**

- Bl.16 -

Siedeanlage.

Die Untersuchungsvorrichtung besteht aus einem kugelförmigen kupfernen Siedegefäß von 66 mm  $\varnothing$ , 150 ccm Inhalt, 0,6 - 0,7 mm Wanddicke. Zur Aufnahme des Siederohres besitzt das Gefäß einen Sättzen von 25 mm Länge, 20 mm unterer und 22 mm oberer l.W. Das mit einem Korken darin befestigte Siederohr von 11 mm l.W. und 150 mm Länge ist in der Mitte zur Kugel erweitert. Ein Ansatzrohr von 8 mm l.W. und 120 mm Länge ist 10 mm über der Kugel unter einem Winkel von 70-80° angeschmolzen. Das Quecksilbergefäß des im Siederohr untergebrachten Thermometers, das aus möglichst dünnwandigem Glas bestehen soll und nicht mehr als den halben Durchmesser des Siederohres haben soll, muß sich in der Mitte der Kugel befinden. Das Siedegefäß steht auf einer Asbestplatte mit freiärmigem Ausschnitt von 50 mm  $\varnothing$  auf einem Ofen, dessen Wandung 10 mm vom oberen Rand mit 4 runden Öffnungen zum Austritt der Verbrennungsgase versehen ist. Es wird durch einen einfachen Bunsenbrenner von 7 mm Rohrdurchmesser mit blau brennender Flamme erhitzt. Als Kühlrohr dient ein Glasrohr von 18 mm l.W. und 8 mm Länge, das so geneigt ist, daß sich der Ausfluß 100 mm tiefer als der Eingang befindet, 100 ccm werden in dieser Vorrichtung so abdestilliert, daß in der Sekunde 2 Tropfen fallen. Das bis zu den jeweils vorgeschriebenen Siedegrenzen übergehende Destillat wird in einem graduierten Standzylinder aufgefangen und der Prozentgehalt jeweils abgelesen.

Ketakresolgehaltsbestimmung.

In einen trockenen Mischzylinder von 10 ccm Inhalt werden 10 ccm des zu untersuchenden Kresols eingefüllt und auf der Analysenwaage auf 0,1 mg genau gewogen. Nach Entleeren des Zylinders in einen weithalsigen Erlenmeyerkolben von 750 ccm Inhalt wird der Mischzylinder zurückgewogen. Aus der Differenz der beiden Gewichte errechnet sich die Einwaage.

Aus einer Bürette werden 15 ccm chem. reine Schwefelsäure vom spez. Gewicht 1,84 zu dem Kresol gegeben und durch Umschütteln des Kresols mit der Säure gut vermischt. In einem elektrischen Wärmeschrank wird der Erlenmeyerkolben eine Stunde lang auf 90° erwärmt. (Sulfurierung).

Nach einer Stunde wird der Kolben aus dem Wärmeschrank genommen und auf 20° abgekühlt, indem man ihn auf eine kalte Unterlage stellt, ca. 1 Stunde lang.

Unter einem gut ziehenden Abzug wird zu dem Kolbeninhalt in einem Guß 90 ccm Salpetersäure von der Wichte 1,4 hinzugegeben. Durch kräftiges Umschütteln wird das Sulfurierungsgemisch mit der Salpetersäure gut durchgemischt. Nunmehr beginnt die Nitrierungsreaktion, was sich durch Entwicklung von rotbraunen Dämpfen anzeigt.

Der Kolben bleibt solange stehen, bis die Flüssigkeit keine Gasentwicklung mehr erkennen läßt, und sich bis auf Zimmertemperatur abgekühlt hat.

Hierauf zapft man den Kolbeninhalt mit einer kleinen Menge Trinitrometakresol an und schüttelt solange kräftig um, bis sich das Trinitrometakresol in kleinen Kristallen ohne Klumpenbildung ausschieden hat. Hierauf setzt man 80 ccm destilliertes Wasser zu und läßt 2 Stunden stehen.

- Bl. 17 -

**SECRET**

**SECRET**

25X1A

- Bl. 17 -

Der Kolbeninhalt wird in eine vorher gewichtskonstant getrocknete Glaafilternutsche Nr. 97 C 3 abgesaugt. Bei den Absaugen ist darauf zu achten, daß die Hauptmenge der Kristalle möglichst mit der Flüssigkeit durch Umschütteln auf die Nutsche gelangt. Der im Kolben verbleibende Rest wird mit ca. 40-50 ccm Wasser quantitativ auf die Nutsche gespült. Anschließend wird sorgfältig abgesaugt und mit ca. 60 ccm Wasser das Filtrat sorgfältig ausgewaschen. Die Gesamtwaschwassermenge darf nicht 100 ccm überschreiten. Nach dem Auswaschen wird die Nutsche in dem elektrischen Wärmeschrank bei 95° gewichtskonstant getrocknet. Der Metakresolgehalt errechnet sich mit dem Analysenfaktor für Trinitrometakresol von 1,74 wie folgt:

$$\text{Formel: } \frac{100 \times \text{Auswage}}{1,74 \times \text{Einwage}} = \% \text{ Metakresol.}$$

### 3. Sonderprodukte.

#### A) Orthokresol, rein kristallisiert.

Farbe: farblose bis gelbliche oder rötliche Kristallmasse.

Erstarrungspunkt: 29 - 31°.

Siedegrenzen: mind. 20 % innerhalb 1,5°  
" 95 % " 2,0°

Wassergehalt: höchstens 0,3 %

Pyridingehalt: " 0,1 %

Klarlöslichkeit: in Natriumsoda klarlöslich.

#### B) Orthokresol, techn. rein ca. 85 %.

Wassergehalt: max. 0,5 %

Siedeverhalten: Siedebeginn etwa 198°  
95 % sollen bis 203° überdestilliert sein.

Der Siedeverlauf wird in der für Kresol G vorgesehenen Apparatur bestimmt.

Orthokresol-Bestimmung durch Ermittlung des Erstarrungspunktes: Die Bestimmung des Erstarrungspunktes erfolgt nach dem für Kristallkarbolsäure vorgesehenen Verfahren nach Entwässerung des 85%-igen o-Kresols mit Shukoff mit einem 1/10 eingeteilten, etwa 25 cm langen Thermometer, dessen Skala von + 20 bis - 50° reicht. Der gefundene KP des o-Kresols soll über + 20 liegen. Der o-Kresolgehalt des untersuchten o-Kresols wird mit Hilfe folgender Tabelle festgestellt:

KP des entw. Kresols	+ 19°	Gehalt an reinem o-Kresol	80 %
" " "	+ 21°	" " "	85 %
" " "	+ 24°	" " "	90 %
" " "	+ 26,5°	" " "	95 %

#### C) Amerikakresol:

Siedegrenzen: (Normal-Destillationsapparatur)

bei 215° etwa 15 %, möglichst nicht darunter  
max. 75 %

bei 225° etwa 95 %

Die restlichen 5 % sollen etwa bei 230-235° übergehen.

#### D) Phenolpechi:

Untersuchung nach Erstarrungspunkt-Methode- Krämer-Sarnow.  
KP je nach Chargenausfall.

**SECRET**

SECRET

SECRET

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7

Results

5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	CaO	Phenol- phthalin	Indi- cator	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>														
Phenol- phthalin	CaO	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	Indi- cator	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>														

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7

Approved For Release 2002/08/19 : CIA-RDP83-00415R013500030001-7

13594

3-1891-01

Zeitangabe 5	Salzart 6	Salzart 7	Kunststoffart 8	Kunststoffart 9	Kunststoffart 10	Kunststoffart 11	Kunststoffart 12	Kunststoffart 13	Kunststoffart 14	Kunststoffart 15	Kunststoffart 16	Kunststoffart 17	Kunststoffart 18	Kunststoffart 19	Kunststoffart 20	Kunststoffart 21	Kunststoffart 22	Kunststoffart 23
$\text{Na}_2\text{CO}_3$	$\text{Ca}_2\text{O}$	Phenol- petaalin	Indi- cator- min	$\text{Na}_2\text{CO}_3$				Milk	Solvent- usage		Concen- tration- Alkali		Protein- Alkali		Un- con- cen- trated- Alkali	200		
2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000
Methyl- orange	Phenolphthalein															2	3	200

25X1A

**SECRET**

Die Rohkuredestillation ergibt folgende Ausbeuten an Zwischenfraktionen, die weiterhin auf  
Vorprodukte redestilliert werden:

% vom Einsatz	Phenol	1,10	15,25	25,30	30,36	36,39	Kresol Ketol VI III	Ortho 20,27	Hückelstand 1	Hückelstand 2
Vorlauft	5,25	13,05	1,39	1,72	1,03	2,50	0,90	1,72	2,35	5,12
Phenol PAB 6	-	-	-	-	-	04,37	-	-	-	-
36,39	19,54	-	12,12	46,91	62,07	-	-	-	-	-
30,36	7,89	16,53	11,16	12,03	17,23	-	-	-	-	-
25,30	1,91	12,84	4,54	3,04	5,44	-	-	6,09	4,36	-
15,25	8,05	23,52	31,70	11,22	3,44	-	-	17,24	11,39	-
4,15	3,99	-	-	13,14	-	-	-	-	-	-
Ortho 20,27	-	21,40	27,59	-	-	-	-	51,71	19,69	-
Ortho rein Ketol 20,27	-	-	-	-	-	-	-	13,79	-	-
Kresol PAB 4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
P 1 P 2	29,91	13,52	-	-	-	-	57,76	-	43,47	12,50
Kresol PAB 6	-	-	-	-	-	-	29,40	-	-	-
Amerikakresol	-	-	-	-	-	-	-	-	-	18,75
Hückelstand 1	-	14,18	10,60	10,34	12,11	12,50	11,25	6,14	-	-
Hückelstand 2	23,98	-	-	-	-	-	-	-	17,39	-
Hückelstand 3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	61,50
Phenolpoch	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Vorlauft	-	0,56	0,90	0,84	0,68	0,63	0,73	0,53	1,35	2,13
	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00